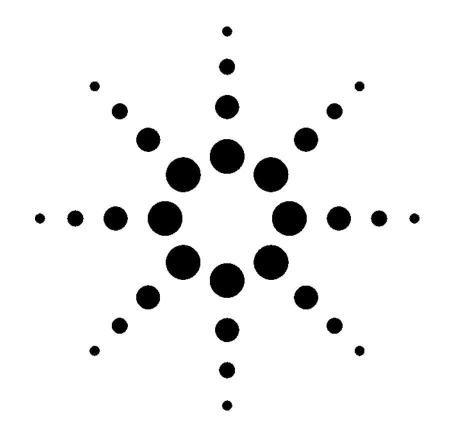


高效液相色谱食品解决方案

方案指南

2006年11月



概述

安捷伦科技公司为食品市场开发了许多重要的高效液相色谱(HPLC)应用方法。本指南概述了食品样品的HPLC分析、推荐了开发应用方法的初始条件，并提供了涉及各种应用的安捷伦文献信息。

本篇的第一章是**应用概述**，节选自安捷伦印发的13个主要食品类别的HPLC应用报告。包括详细的色谱条件、标样和实际样品的色谱图，以及方法的有关信息。如需阅读本指南引用的参考文献，可以从**应用参考索引**中查找出版号；通过安捷伦网站输入该发行号，即可阅读全文。



本指南在**系统配置**一章中，说明了HPLC溶剂输送系统和检测器的类型。**食品分析快速参考指南**回顾了前面各章节中记述的信息，在这一章中将那些信息按食品类别进行了归纳。液相色谱**基本原理**对分离模式、柱尺寸和填料、样品制备技术、固相萃取和方法转移等进行了概要介绍。



请注意文中提到的仪器仅仅是推荐使用的仪器。



Agilent Technologies

目录

应用概述

HPLC在食品添加剂和污染物分析方面的应用越来越多(见表1)。该方法能够将复杂的混合物分离为单一的化合物，并通过适当的检测器和数据处理系统进行定性和定量分析。分离和检测在室温或稍高于室温的条件下进行，所以该方法也适合于分析热稳定性差的化合物。尽管HPLC的检测器一般没有气相色谱（GC）检测器的灵敏度高，但HPLC不失为一种灵敏的方法，主要原因是HPLC每次进样量可高达1-2mL。这一点，再加上许多检测器的非破坏性特点，可以让我们收集分离的组分进行进一步分析，这对于蛋白质和合成成分的分析是非常重要的。现代样品制备技术，比如固相萃取（SPE）和超临界流体萃取（SFE）也使得HPLC可以进行ppt（一万亿分之一）级化合物的高灵敏度分析。

表1　常用HPLC分析的食品化合物

应用

化合物组	主要分析物	基质	页码
碳水化合物、糖类、糖醇	碳水化合物		5
	糖醇	饮料	6
	右旋糖酐		7
	淀粉		8
	碳水化合物	柠檬水	9
染料、着色剂、色素	苏丹染料	食品	10
	FDC食品染料、防腐剂		11
	花青素	圆白菜	12
脂肪和油脂	磷脂	大豆	14
	甘油酸三酯		15
	甘油酸三酯	食用油	16
	甘油酸三酯及其过氧化物	食用油	17
香料、甜味剂、有机酸	香料、甜味剂、防腐剂	软饮料	18
	有机酸	食品	19
	调味剂	嗽口水	20
	半挥发性香料		21
	天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯、表面活性剂	可乐类饮料	22
药草补剂、天然产物、植物激素	黄嘌呤代谢物		23
	甘草甜素	甘草	24
	黄嘌呤	茶、巧克力	25
	人参皂甙第1部分	人参	26
	花青素	蓝莓	27
	花青素		28
	黄酮、儿茶酚		29
防腐剂	香料、甜味剂、防腐剂	软饮料	30
	防腐剂、苯氧乙醇		31
蛋白质、多肽、氨基酸	蛋白质	小麦	32
	蛋白质	小麦	33
	BSA（牛血清白蛋白）裂解物，多肽		34
	AAA氨基酸		35

表1　常用HPLC分析的食品化合物（续）

化合物组	主要分析物	基质	页码
控制使用的/危险的药物	药物	水	36
	硝基呋喃类	家禽、虾	37
	氟喹诺酮	牛肾	38
	氯霉素	虾、蜂蜜	39
	磺胺类药物	肉	40
	磺胺		41
控制使用的/危险的其它物质	HMF 羟甲基糠醛	面包、谷类食品、酸奶	42
	丙烯酰胺	饮用水	43
	铬形态		44
	高氯酸盐	水、蔬菜	45
	三甲胺基砷	鱼类	46
控制使用的/危险的天然毒素	DSP 海藻毒素	甲壳类动物	47
	毒枝菌素、烟曲霉素	谷物	49
	黄曲霉素	各种食品	50
控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂	44种杀虫剂	蔬菜，水果	51
	酸性除草剂	水	52
	采后杀菌剂	柑橘	54
	氯化烟碱类杀虫剂	蔬菜、水果	55
	苯基脲类、三嗪类除草剂	水	56
脂溶性维生素	视黄醇异构体		58
	脂溶性维生素		59
	维生素D3	家禽饲料	60
	脂溶性维生素A、D、E		61
水溶性维生素	水溶性维生素		62
	水溶性维生素	猫食	63

以上信息要点只是安捷伦应用报告中的一部分，在本指南后面的应用参考索引中（第78到90页）可以查到更多的解决方案。所有应用报告都可以从安捷伦网站www.agilent.com/chem/cn上下载。

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物

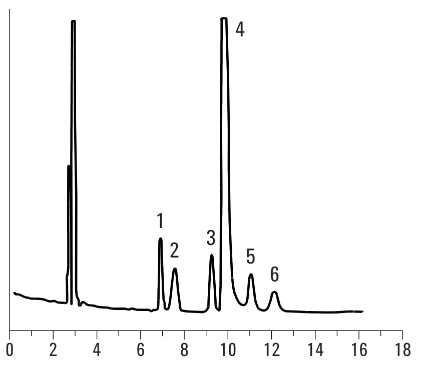
碳水化合物

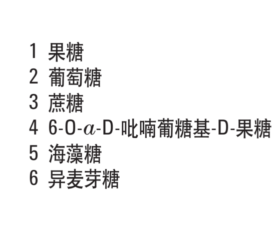
基质

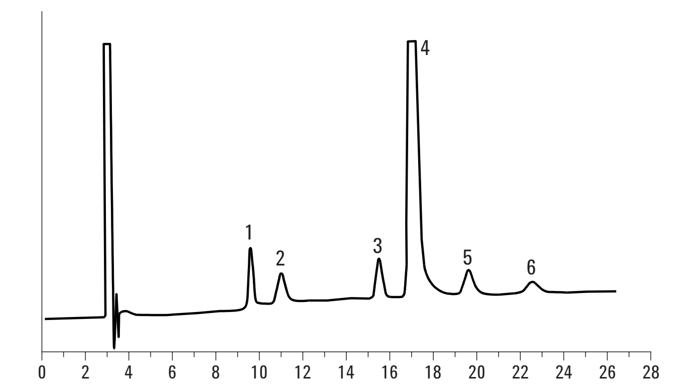
标样

参考文献

Robert Ricker,"High-Performance Carbohydrate Analysis," 安捷伦科技出版物 **5988-6351EN,** www.agilent.com/chem/cn







系统概况

LC 系统

等度

检测

示差折光检测器

色谱柱

ZORBAX NH_2, 250 mm X 4.6 mm

色谱柱部件号

880952-708 或 840300-908

条件	
色谱柱	ZORBAX NH_2 250 mm X 4.6 mm (安捷伦部件号 880952-708)
流动相	乙腈 : H_2O
流速	1 mL/min
检测器	示差折光检测器 (RID)

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物

糖醇

基质

饮料

参考文献

Hiroki Kumagai, "Application of liquid chromatography/mass spectrometry to the analysis of sugars and sugar alcohol," 安捷伦科技出版物 **5988-4236EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

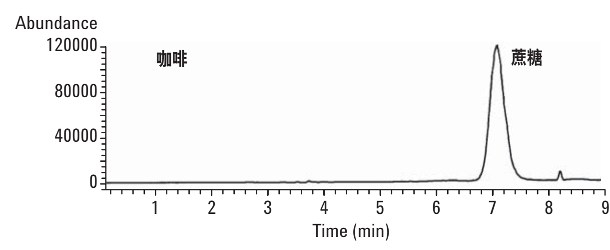
MSD APCI$^-$

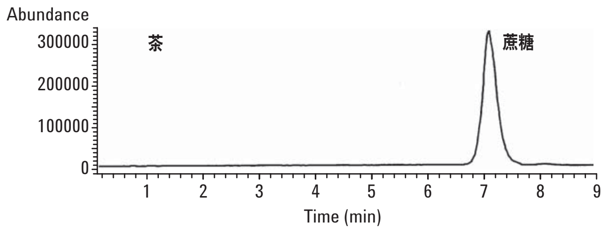
色谱柱

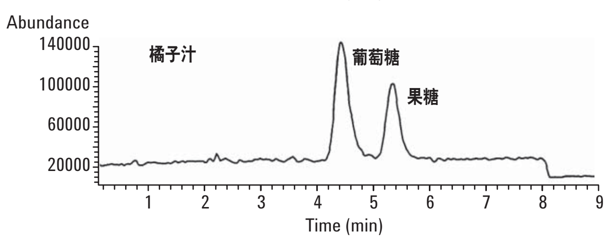
150 mm X 2 mm Asahipak NH_2-50 2D

色谱柱部件号

843300-908







条件	
色谱柱	150 X 2 mm Asahipak NH_2-50 2D
流动相	乙腈/水 (75/25)
流速	0.2 mL/min
柱温	40 °C
进样量	10 µL
柱后加入条件	以 0.2 mL/min 柱后加入乙腈/氯仿 (50/50)
检测器	MSD 四极杆 电离 APCI (负离子) 扫描范围 *m/z* 100-500 汽化室 400 °C 雾化器压力 40 psi 碰撞诱导解离电压 20 V 电晕电流 30 A 干燥气 13 L/min, 350 °C SIM (*m/z*) 负离子 山梨醇 217, 219 葡萄糖、果糖 215, 217 木糖醇 187, 189 蔗糖 377,379
确证	MS 图谱信息和 RT

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物

右旋糖苷

基质

标准

参考文献

Heinz Goetz, “Quality control of dextran,” 安捷伦科技出版物 **5988-0118EN**, www.agilent.com/chem/cn

条件	
样品制备	样品溶解在流动相中（浓度为0.1 %）并过滤
色谱柱	PL aquagel-OH MXA, 7.5 mm X 300 mm, 8 µm (安捷伦部件号 79911GF-MXA) 串联 PL aquagel-OH 30A, 7.5 mm X 300 mm, 8 µm (安捷伦部件号 79911GF-083)
流动相	水
流速	1 mL/min
柱箱温度	25 °C
进样量	100 µL
检测器	示差折光 (RID)
聚合物标准品	不同样品瓶中的聚环氧乙烷 EasyCal 标准品用于校正 (安捷伦部件号5064-8280)
软件	化学工作站Plus带SEC数据分析软件

系统概况

LC 系统

等度

检测

示差折光检测器

色谱柱

PL aquagel-OH MXA, 7.5 mm X 30 mm, 8 µm

PL aquagel-OH 30A, 7.5 mm X 30 mm, 8 µm

色谱柱部件号

79911GF-MXA 及 79911GF-803

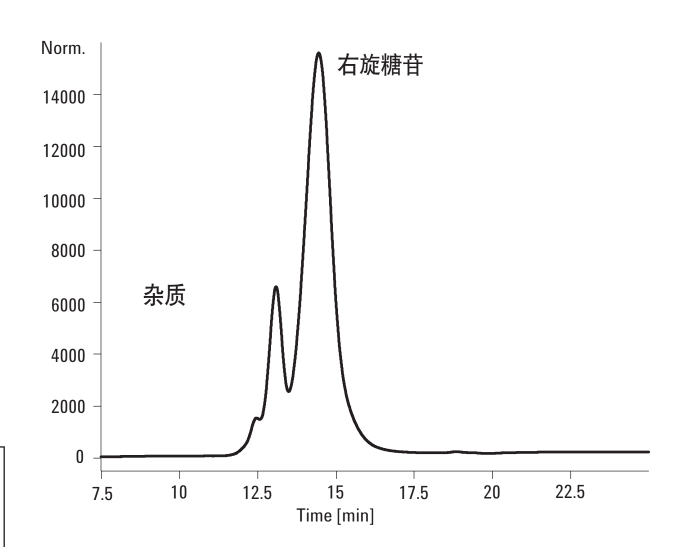
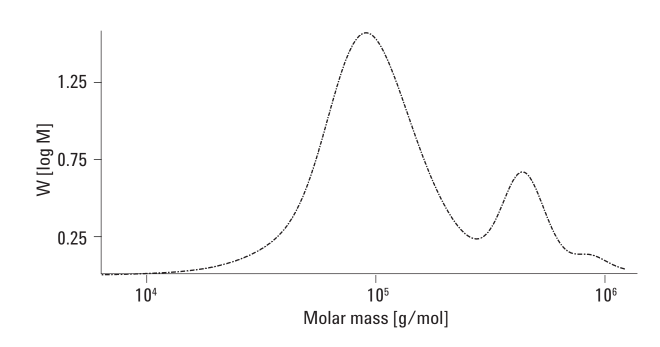


图 1.　右旋糖苷样品分析

分子量分布



分子量数据

示差折光检测器1A

Mn:	9.0685e4	g/mol
Mw:	1.8436e5	g/mol
Mz:	3.8872e5	g/mol
Mv:	1.8436e5	mL/g
D:	2.0330e0	
[n]:	0.000000	
Vp:	1.4450e1	mL
Mp:	9.2727e4	g/mol
A:	2.0790e4	mL*V
1.0e4 D	1.679e-1	%
2.8e5 D	8.0762e1	%
7.8e5 D	1.0000e2	%
0.0e D	0.000000	%
0.0e D	0.000000	%

报告的子集—用户选择的色谱图部分的其它信息

图 2.　典型的 GPC 报告

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物

淀粉

基质

标准

参考文献

Heinz Goetz and Peter Kilz, “Process Control of Starch,”
安捷伦科技出版物 **5988-0117EN**,
www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

示差折光检测器

色谱柱

Aq. GPC PSS Suprema 100 + 1000, 2 of 8 mm X 300 mm, 10 µm

色谱柱部件号

见应用报告

淀粉	Mn	Mw
原料	*	*
降解 I	1000	4700
降解 II	910	6100

* 因超出排阻限未计算

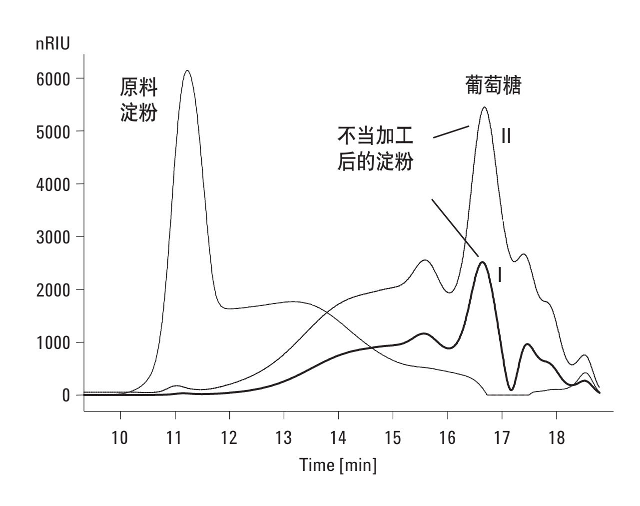


图1　原料淀粉及不当加工后淀粉的重叠色谱图

条件	
样品制备	样品于20 °C 溶解在1ml流动相中（浓度为 0.1 %w/w）。用Polymer Standards Services (PSS)的右旋糖苷标准进行精确的标准校正
色谱柱	PSS Suprema 100 + 1000 in series, 8 mm X 300 mm, 10 µm
流动相	0.1 M 硝酸钠
流速	1 mL/min
柱箱温度	25 °C
进样量	100 µL
检测器	示差折光检测器
软件	化学工作站Plus带SEC数据分析软件

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物

碳水化合物

基质

柠檬水

参考文献

Angelika Gratzfeld-Huesgen, “Analysis of Carbohydrates in Lemonade using HPLC,” 安捷伦科技出版物 **5966-0637EN**, www.agilent.com/chem/cn

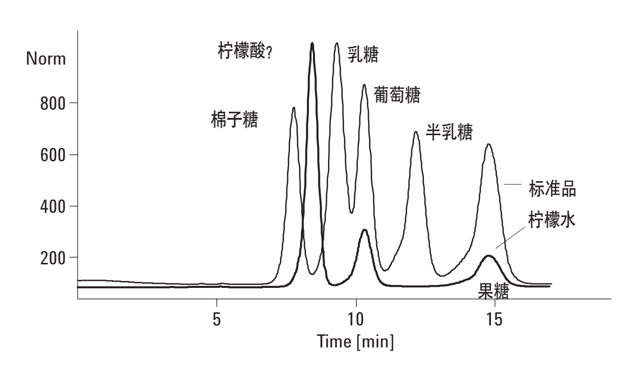


图1　柠檬水中碳水化合物的分析

系统概况

LC 系统

等度

检测

示差折光检测器

色谱柱

BioRad HPXP

色谱柱部件号

与厂商联系

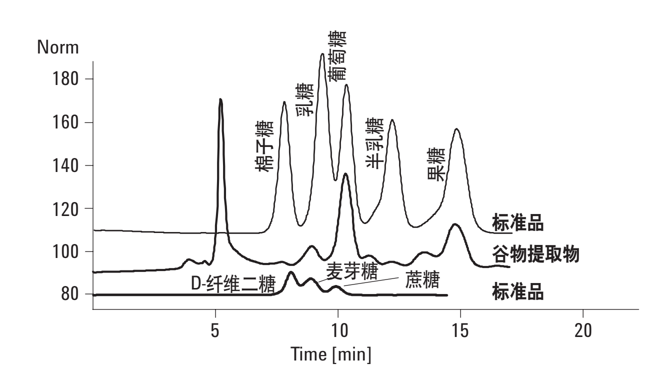


图2　谷物提取物中碳水化合物的分析

条件	
色谱柱	300 X 7.8 mm Bio-Rad HPXP, 9 µm
流动相	水
柱箱温度	80 °C
流速	0.7 mL/min
检测器	示差折光(RID)
样品制备	直接进样
HPLC 方法性能	
检测限	< 80 ng，S/N = 2
保留时间重复性	RT（10次进样）< 0.05 % 峰面积（10次进样）<2%

染料、着色剂、色素

主要分析物

苏丹染料

基质

食品

参考文献

Yanyan Fang and Michael Zumwalt,"液相色谱/质谱联用分析糖和糖醇类化合物" 安捷伦科技出版物 **5989-4736CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

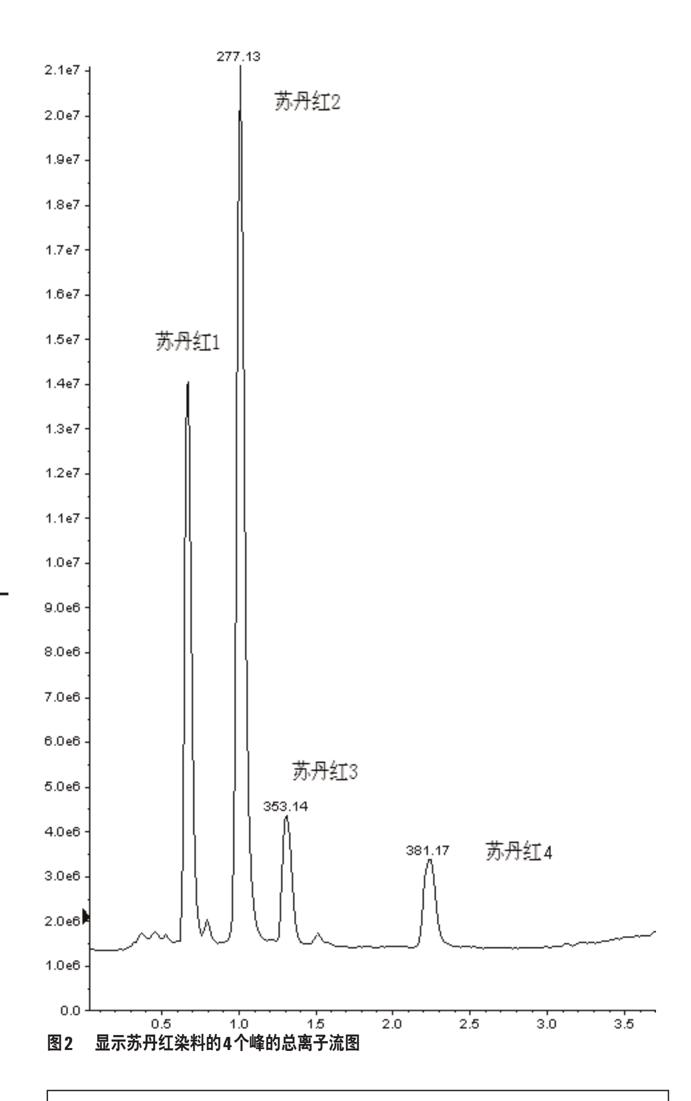


图2　显示苏丹红染料的4个峰的总离子流图

重复性

	苏丹红 I		苏丹红 II	
标准 (ppm)	**RSD (%)**	**准确度 (平均%)**	**RSD (%)**	**准确度 (平均%)**
0.2	6.04	97.31	5.76	97.61
0.4	6.98	101.95	5.64	100.27
0.8	4.61	104.75	6.12	103.78
1.6	5.17	102.53	5.99	105.92
2	6.12	96.77	4.74	94.72

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MS TOF ESI+

色谱柱

ZORBAX XDB-C18, 2.1 X 50 mm, 1.8 µm

色谱柱部件号

922700-902

实验

仪器

Agilent 1100系列 LC/MSD TOF，包含Agilent 1100二元泵和多孔板自动进样器

LC 条件

色谱柱	ZORBAX XDB C18, 2.1 mm X 50 mm, 1.8 µm 安捷伦部件号: 922700-902
流动相	A: 5 mM醋酸铵水溶液 B: 乙腈
梯度	0–3分钟 95% B到 98% B 3-5分钟98% B
后运行时间	3分钟
流速	0.5 mL/min

MS 条件

离子化	ESI，正离子
干燥气温度	350 °C
干燥气流量	8 L/min
雾化器压力	45 psi
毛细管 V (+ve)	4000 V

染料、着色剂、色素

主要分析物

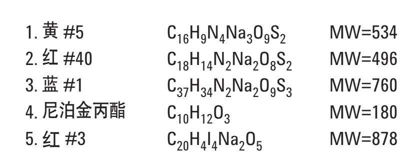
FDC食品染料、防腐剂

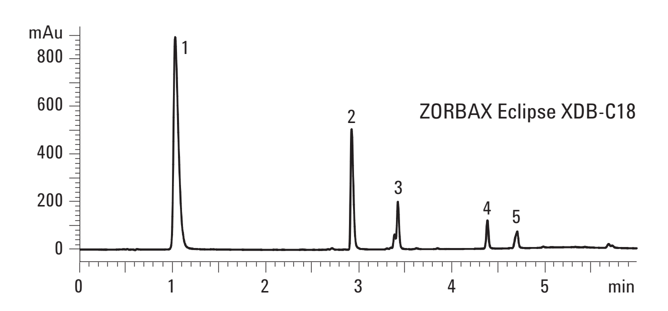
基质

标准样品

参考文献

Robert Ricker, “FD&C Colors,” 安捷伦科技出版物
5988-6355EN, www.agilent.com/chem/cn





系统概况

LC系统

四元梯度

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX XDB-C18, 50 mm X 4.6 mm, 3.5 μm

色谱柱部件号

935967-902

条件	
色谱柱	ZORBAX XDB-C18, 50 mm X 4.6 mm, 3.5 μm, (安捷伦部件号 935967-902)
流动相	A: 0.1% TFA 含三乙胺(TEA) B: 甲醇
梯度	4分钟17% B到100% B
流速	1 mL/min
柱温	室温
检测器	DAD，检测波长254nm。

染料、着色剂、色素

主要分析物

花青素

基质

圆白菜

参考文献

Masahiko Takino, “电喷雾和大气压化学电离源液相/质谱用于天然食品色素的分析” 安捷伦科技出版物 **5968-2979CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

二元梯度

检测

MSD ESI⁺，APCI⁺

色谱柱

Inertsil ODS3, 2.1 mm X 250 mm, 5 µm

色谱柱部件号

推荐 SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm
935967-902

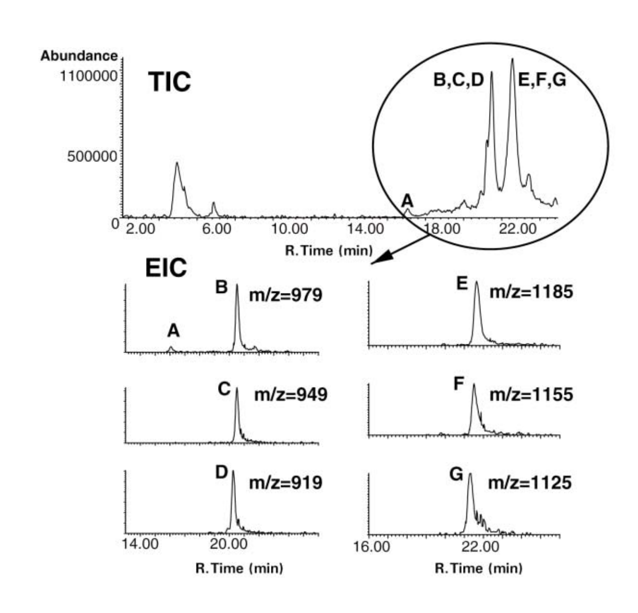


图2. 红球甘蓝着色剂的总离子流图和提取离子流图

LC 条件	
色谱柱	250 X 2.1 mm Inertsil ODS3, 5 µm
流动相	A: 1% 甲酸 B: 乙腈/水
梯度	从 5% B 开始， 30 分钟时达到 50%B
流速	0.2 mL/min
柱温	40 °C
进样量	10 µL
MS 条件	
离子源	ESI
离子化方式	正离子
V_{cap} 电压	4000 V
雾化器压力	50 psig
干燥气流量	10 L/min
汽化室温度	350 °C
电晕电流	4 µA
干燥气温度	350 °C
扫描范围	100–1200 amu
步长	40.1
峰宽	0.15 分钟
时间过滤器	打开
碰撞诱导解离电压	200 V

待续

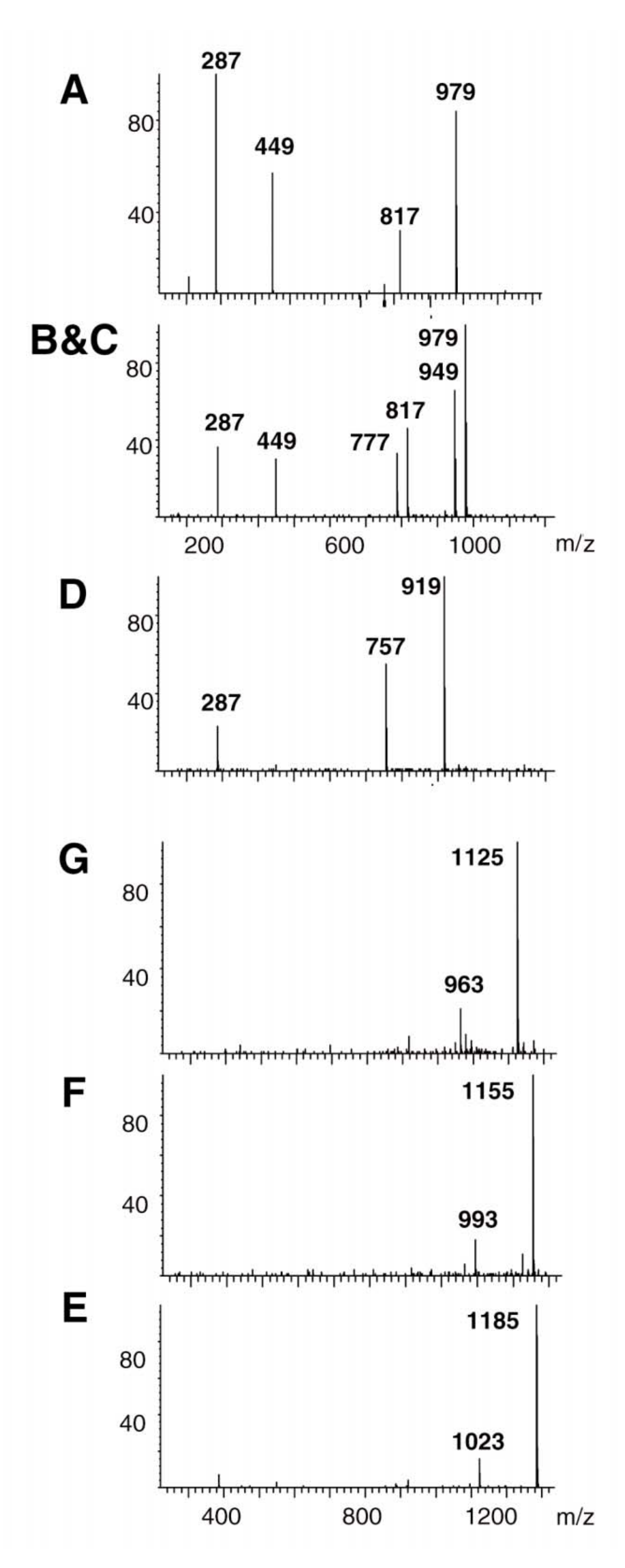


图3. 红球甘蓝着色剂中主要色素的质谱图

Cyanidin 3-diglucoside

Sinapyl

Ferulyl

p-Coumaryl

	R_1	R_2	MW
A	H	Sinapyl	979
B	Sinapyl	H	979
C	Ferulyl	H	949
D	p-Coumaryl	H	919
E	Sinapyl	Sinapyl	1185
F	Ferulyl	Sinapyl	1155
G	p-Coumaryl	Sinapyl	1125

图 1. 红球甘蓝着色剂中主要色素的结构

主要分析物

磷脂

基质

大豆

参考文献

Cliff Woodward and Ron Majors, “The HPLC Preparative Scale-Up of Soybean Phospholipids,” 安捷伦科技出版物 **5989-2848EN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

制备/35900E

检测

ELSD (ESA), 某些用 MSD

色谱柱

Prep SIL, 4.6 mm X 150 mm, 10 µm

21.2 mm X 150 mm, 10 µm

色谱柱部件号

见应用报告



磷脂	缩写
磷脂酰乙醇胺	PE
磷脂酰丝氨酸	PS
磷脂酰肌醇	PI
卵磷脂	PC

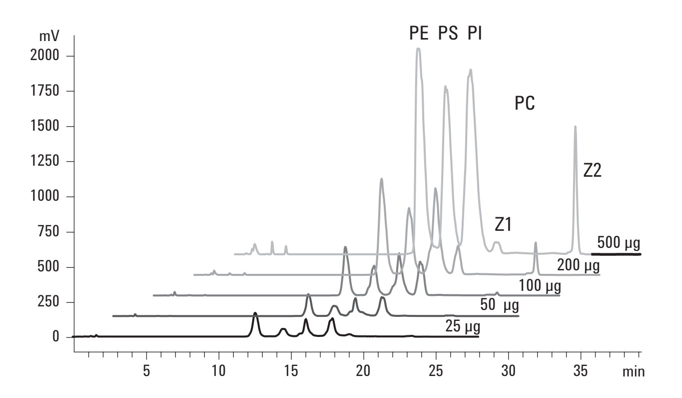


图3. Agilent prep 4.6 X 150 mm, 10-µm – 大豆磷脂混合标准, – 载样能力

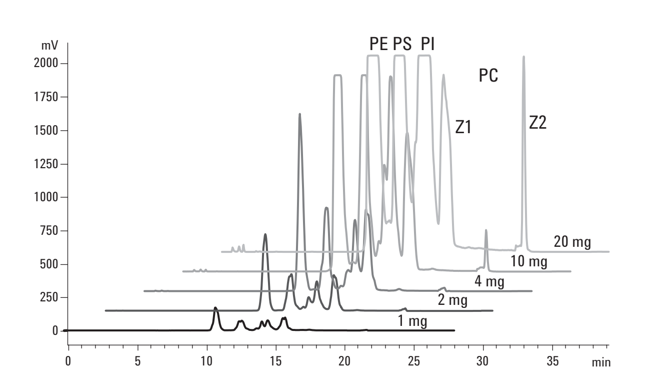
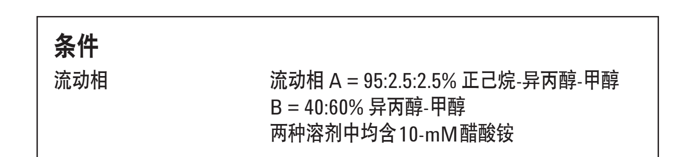


图6. Agilent prep 21.2 X 150 mm, 10-µm –大豆磷脂混合标准, – 载样能力



条件

流动相	流动相 A = 95:2.5:2.5% 正己烷-异丙醇-甲醇 B = 40:60% 异丙醇-甲醇 两种溶剂中均含10-mM醋酸铵

脂肪和油脂

主要分析物

甘油酸三酯

基质

标准

参考文献

Hiroki Kumagai, "液相色谱/质谱联用分析甘油三酯类化合物" 安捷伦科技出版物 **5988-4235CHCN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

MSD APCI+

色谱柱

Develosil ODS OG-3, 4.6 mm X 75 mm

色谱柱部件号

推荐 SB-C18, 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm
866953-902

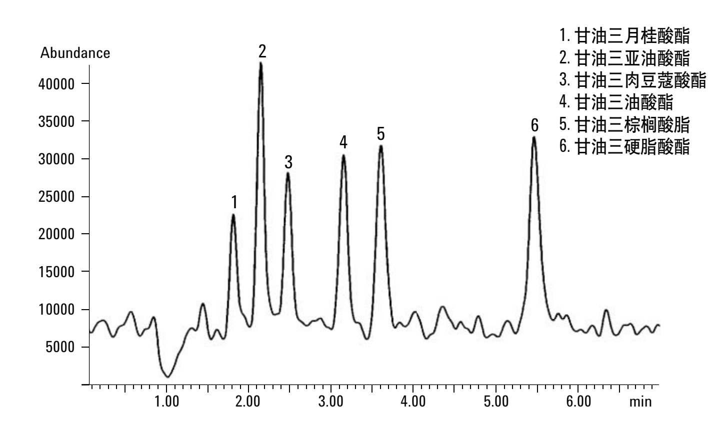


图1　甘油酸三酯标准品的总离子流图，各0.2 ppm

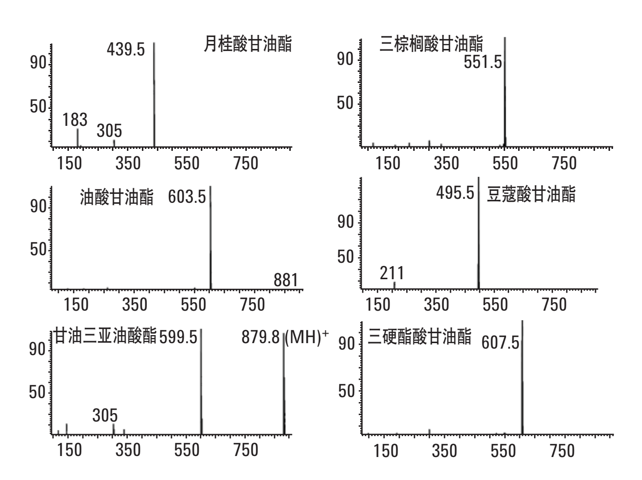


图2　甘油酸三酯标准品的质谱图，各0.2 ppm

条件	
色谱柱	Develosil ODS OG-3, 75 mm X 4.6 mm
流动相	乙腈/水（98/2）
流速	1 mL/min
柱温	40 °C
进样量	15 µL
梯度	0分钟时，20% A， 30分钟 100% A
检测器	MSD 四极杆SL
	电离 APCI+
	扫描范围 100-1000 amu
	汽化室 400 °C
	雾化器压力 50 psi
	碰撞诱导解离电压 160V
	干燥气 4 L/min 350 °C
确证	MS图谱信息和RT

脂肪和油脂

主要分析物

甘油酸三酯

基质

食用油

参考文献

Doug McIntyre, "大气压化学电离源液相/质谱用于食用油中甘油三酸酯的分析" 安捷伦科技出版物 **5968-0878CHCN,** www.agilent.com/chem/cn

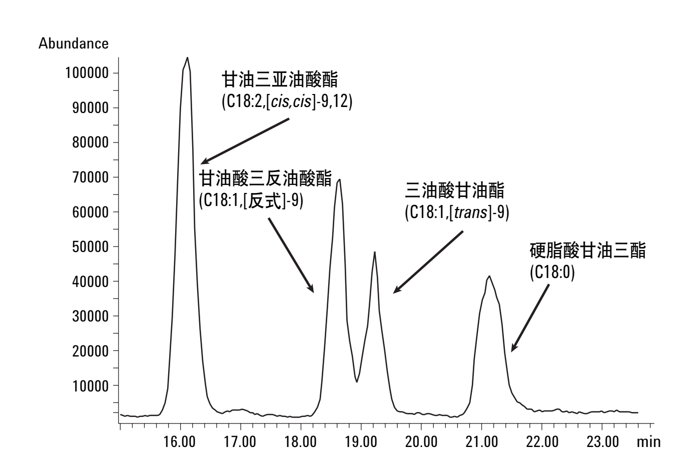


图1. 四种甘油酸三酯分离的总离子流图
注：顺反异构体得到良好分离

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MSD APCI+

色谱柱

Hypersil MOS, 2.1 mm X 200 mm, 5 µm

色谱柱部件号

推荐 SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm

830990-902

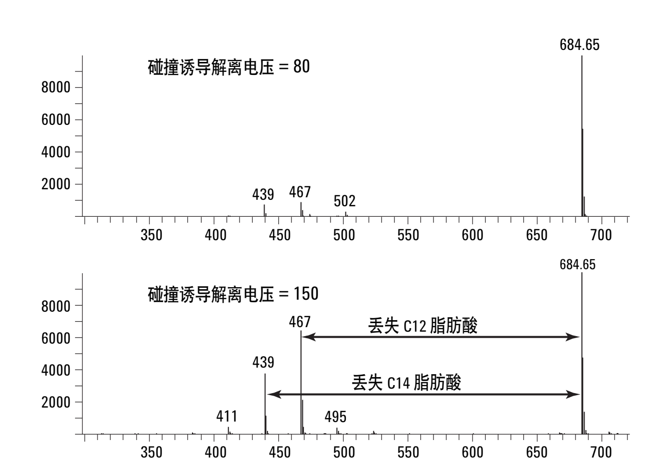


图1. 提高碰撞诱导解离电压对椰子油中混合甘油酸三酯的影响。
碎片质量数和比例与2种C12脂肪酸和1种C14脂肪酸一致

色谱条件	
色谱柱	200 mm X 2.1 mm Hypersil MOS, 5 µm
流动相	A = 60:40 水：异丙醇+ 25 mM 甲酸铵
	B = 10:10:80 水：异丙醇：正丁醇+ 25 mM 甲酸铵
梯度	从30% B开始
	1.5分钟30% B
	25 分钟60% B
	28分钟100% B
流速	0.25 mL/min
柱温	50 °C
进样量	1.5 µL
MS 条件	
离子源	APCI
离子化方式	正离子
Vcap	4000 V
雾化器压力	50 psig
干燥气流量	4 l/min
干燥气温度	325 °C
电晕电流	4 µA
汽化室	300 °C
扫描范围	300–1100 *m/z*
步长	0.1 *m/z*
峰宽	0.3 min
时间过滤器	打开
碰撞诱导解离电压	80 V

脂肪和油脂

主要分析物

甘油三酸酯及其过氧化物

基质

食用油

参考文献

Rainer Schuster, "Analysis of Unsaturated Triglycerides using HPLC," 安捷伦科技出版物 **5966-0744E,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

四元梯度

检测

DAD 3个通道

色谱柱

Hypersil MOS, 2.1 mm X 200 mm, 5 µm

色谱柱部件号

推荐 SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm

830990-902

向日葵油

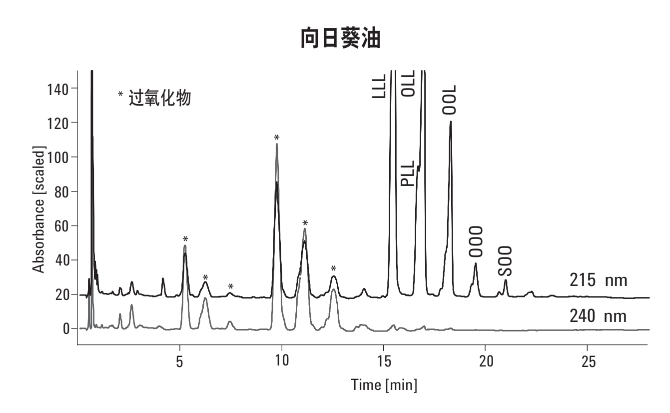


图 1. 陈年向日葵油的甘油三酸酯图谱。240 nm 波长下增强的信号代表过氧化物

橄榄油

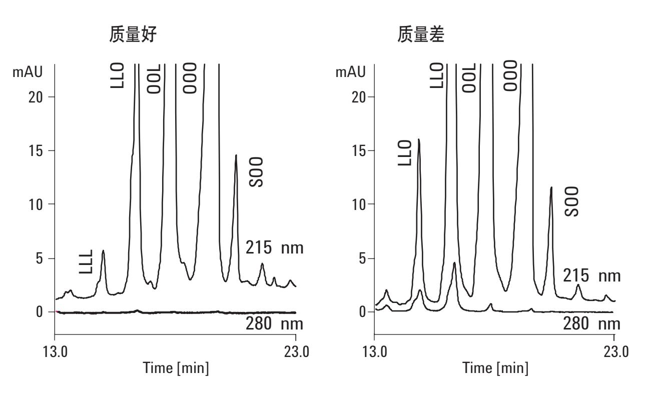


图2. 橄榄油的分析。280 nm波长下的响应代表共轭双键，表示油的质量差

条件	
色谱柱	200 X 2.1 mm Hypersil MOS, 5 µm
流动相	A = 水 B = 乙腈/甲基-特丁基醚 (9:1)
梯度	0分钟 87% B; 25分钟100% B
后运行时间	4 分钟
流速	0.8 mL/min
柱温	60 ºC
进样量	1 µL 标准
UV 吸收	200 nm和215 nm的UV吸收检测甘油三酸酯，240 nm检测过氧化物，280 nm检测维生素E和降解的甘油三酸酯（含三个双键的脂肪酸）
样品制备	样品溶解在四氢呋喃（THF）中
HPLC方法性能	
饱和甘油三酸酯检测限	>10 µg
RT重复性（10次）	<0.7 %
峰面积重复性（10次）	<6 %

香料、甜味剂、有机酸

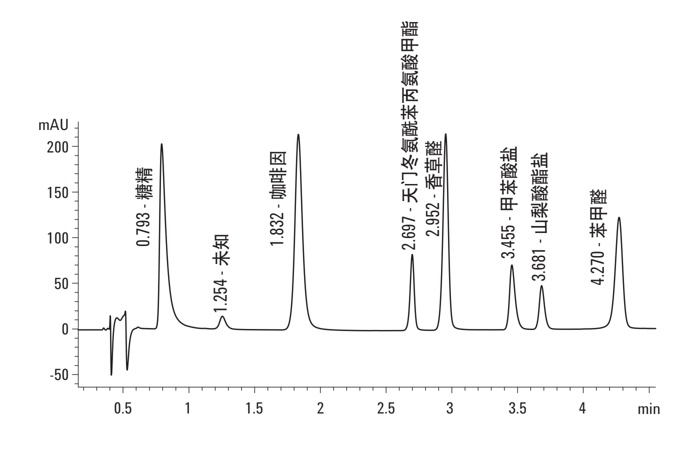


图2.　用3.0 mm X 50 mm, 1.8-µm ZORBAX SB-C18柱对软饮料添加剂进行梯度分离

主要分析物

香料、甜味剂、防腐剂

基质

软饮料

参考文献

Michael Woodman, "Rapid Screening and Analysis of Components in Nonalcoholic Drinks," 安捷伦科技出版物 **5989-5178EN,** www.agilent.com/chemFlo/cn

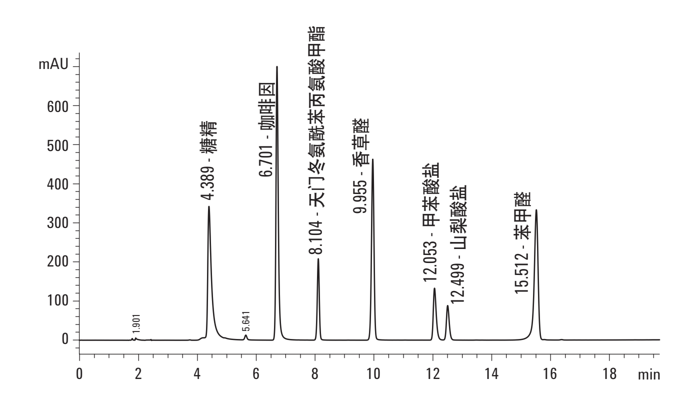


图1.　用4.6 mm X 250 mm, 5-µm ZORBAX SB-C18柱对软饮料添加剂进行梯度分离

系统概况

LC系统

1200SL

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm
3 mm X 50 mm, 1.8 µm (600 bar)

色谱柱部件号

880975-902 (5 µm)
827975-302 (1.8 µm)

条件

系统

Agilent 1200系列高分离度快速液相色谱, 包括:
G1379B微量脱气机
G1312B二元泵 SL
G1367C HiP ALS自动进样器SL, 带温度控制
G1316B柱温箱SL
G1315C UV/VIS 二极管阵列检测器SL, 流通池见各色谱图
化学工作站 32位 B.02.01版

色谱柱

Agilent ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm
Agilent ZORBAX SB-C18, 3.0 mm X 50 mm, 1.8 µm

流动相条件

有机溶剂	乙腈(ACN)或ACN-含0.1%甲酸
水相溶剂	20 mm磷酸于Milli-Q水中，含氢氧化铵或含0.1%甲酸的Milli-Q 水

梯度条件

梯度斜率	每个柱体积2.8% 流速及梯度时间见各色谱图

样品

1. 糖精、咖啡因、天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯、香草醛、苯甲酸、山梨酸、苯甲醛标准混合物，各50 µg/mL，溶于1:1 甲醇/水中
2. 各种软饮料，需要时除二氧化碳

主要分析物

有机酸

基质

食品

参考文献

M.A. van Straten, H.A. Claessens, and A. Dams, "Analysis of Organic Acids in Aqueous Samples," 安捷伦科技出版物 **5989-1265EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

四元梯度

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-Aq, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

883975-914

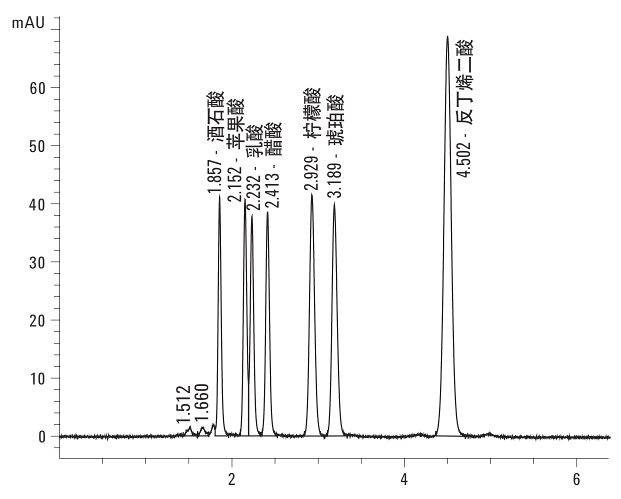


图2. **标准混合物1。**

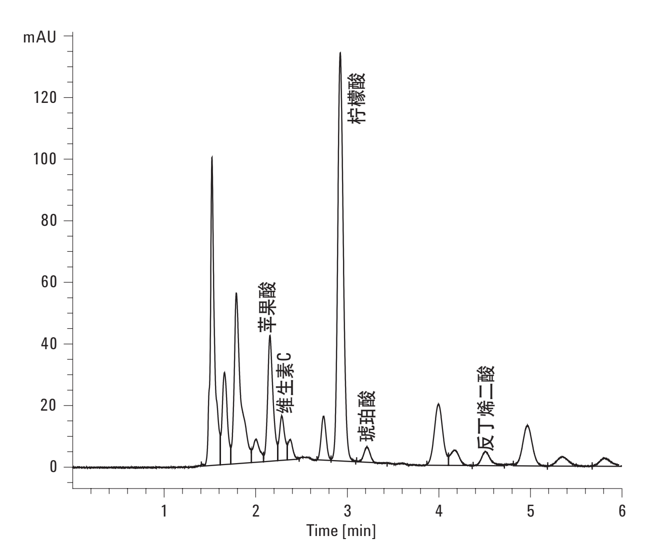


图4. **橘子汁**

条件	
色谱柱	ZORBAX SB-Aq, 4.6 mm X 150 mm，5 µm
流动相	20 mM 磷酸盐缓冲液/乙腈 = 99/1 (v/v)
流速	1.0 mL/min
进样量	1 µL
柱温	25 °C
检测	UV-DAD检测波长/窗口210/8 nm, 参比波长及带宽 360/80 nm
样品制备	0.45 µm滤膜过滤

香料、甜味剂、有机酸

主要分析物

调味剂

基质

嗽口水

参考文献

Robert Ricker, “Flavoring Agents,” 安捷伦科技出版物 **5988-6353EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

二元梯度

检测

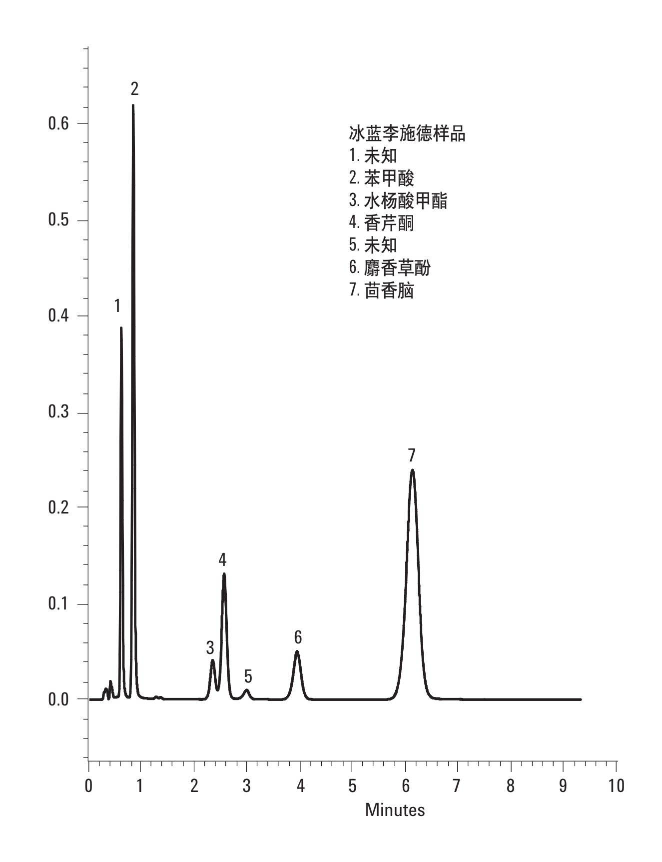
DAD

色谱柱

ZORBAX SB-Phenyl, 2.1 mm X 50 mm, 5 µm

色谱柱部件号

860975-912



条件	
色谱柱	ZORBAX SB-Phenyl, 50 mm X 2.1 mm, 5 µm (安捷伦部件号 860975-912)
流动相	0.3% TFA:乙腈/水(65:35)
流速	0.3 mL/min
柱温	室温
检测器	DAD, 检测波长254 nm

香料、甜味剂、有机酸

主要分析物

半挥发性香料

基质

标准

参考文献

Robert Ricker,"Aromatics," 安捷伦科技出版物 **5988-6352EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

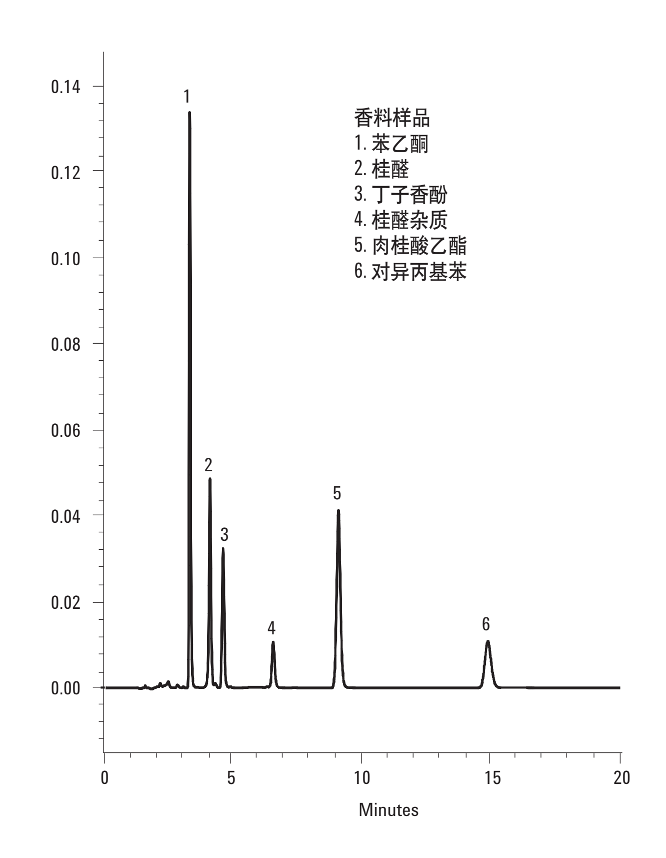
DAD

色谱柱

ZORBAX XDB-Phenyl, 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

963967-912



条件	
色谱柱	ZORBAX XDB-Phenyl, 150 mm X 4.6 mm, 3.5 µm (安捷伦部件号 963967-912)
流动相	水 : 甲醇 (40:60)
流速	1 mL/min
柱温	35 °C
检测器	DAD, 检测波长 254 nm

香料、甜味剂、有机酸

主要分析物

天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯，降解物

基质

可乐类饮料

参考文献

Robert Ricker, “Aspartame: Metabolites and Applications,”
安捷伦科技出版物 **5988-6349EN,**
www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

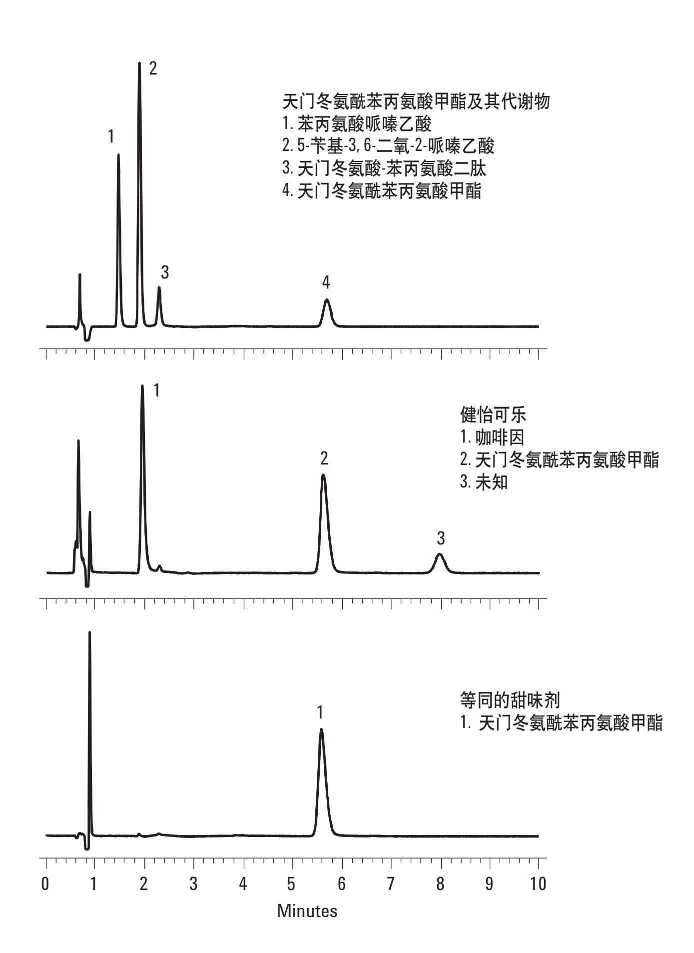
DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

866953-902



条件	
色谱柱	ZORBAX SB-C18, 75 mm X 4.6 mm, 3.5 µm, (安捷伦部件号 866953-902)
流动相	0.1% TFA:乙腈/水 (85:15)
流速	1 mL/min
柱温	35 °C
进样量	1 µL
检测器	DAD, 检测波长210 nm

主要分析物

黄嘌呤代谢物

基质

标准

参考文献

John W. Henderson Jr. and William J. Long, "用 Eclipse Plus C18 柱分离黄嘌呤类化合物及其代谢物获得良好峰形" 安捷伦科技出版物 **5989-5237CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

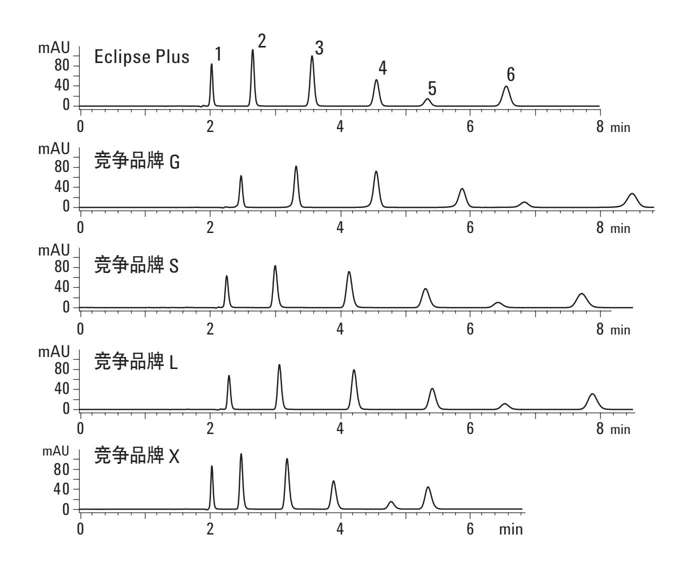
DAD

色谱柱

Eclipse Plus C18, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

959993-902



分析物洗脱顺序:

1. 1-甲基黄嘌呤
2. 可可碱
3. 茶碱
4. b-羟乙基茶碱
5. 3-丙基黄嘌呤
6. 咖啡因

图 1. 用各种 C18 柱分离黄嘌呤类化合物

条件	
色谱柱	Eclipse Plus C18, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm, (安捷伦部件号 959993-902)
流动相	A: 25 mM 磷酸盐 B: 乙腈 (90:10)
流速	1 mL/min
柱温	40 °C
检测器	DAD

药草补剂、天然产物、植物激素

主要分析物

甘草甜素

基质

甘草

参考文献

Bernard Permar and Ronald E. Majors, “The High-Resolution Reversed-Phase HPLC Separation of Licorice Root Extracts Using Long Rapid Resolution HT 1.8-µm Columns,” 安捷伦科技出版物 **5989-4907EN**, www.agilent.com/chem/cn

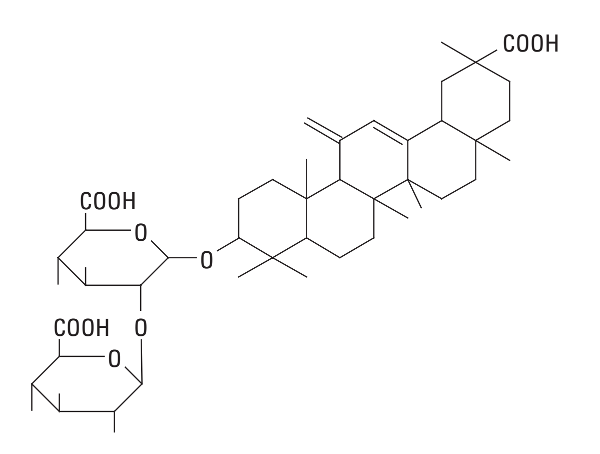


图1.　甘草酸的结构

系统概况

LC系统

1200SL

检测

DAD

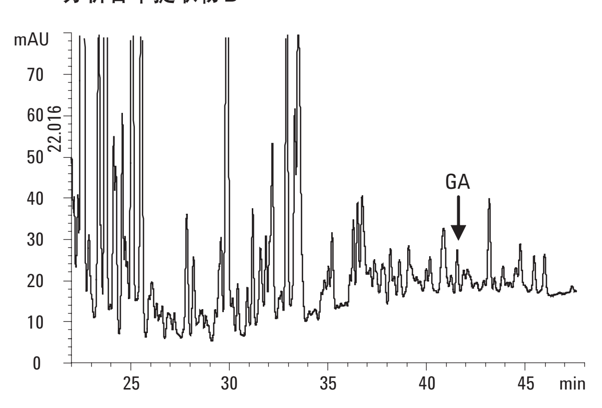
色谱柱

ZORBAX SB-C18 RRHT, 4.6 mm X 150 mm, 1.8 µm

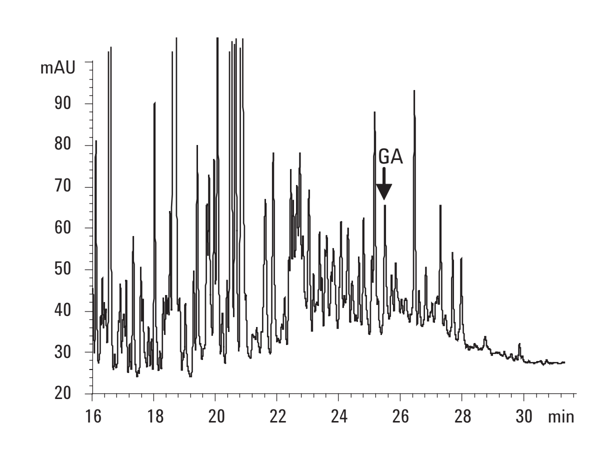
色谱柱部件号

829975-902

用ZORBAX SB-C18 4.6 X 250-mm柱（5 µm）分析甘草提取物B



用ZORBAX SB-C18 RRHT 4.6 X 150-mm柱分析甘草提取物B



HPLC 条件

仪器	Agilent 1200SL 系列高分离度快速液相色谱系统
检测器	多波长检测器 (MWD), 254 nm/100 BW, 450 nm 参比波长
流动相	A = 1% 醋酸水溶液 B = 1% 醋酸乙腈溶液

ZORBAX SB-C18柱梯度条件

常规柱	4.6 mm X 250 mm, 5 µm 50分钟内，5%到100% B
RRHT	4.6 mm X 150 mm, 1.8 µm 30分钟内，5%到100% B
流速	1.0 mL/min
温度	室温

主要分析物

黄嘌呤类化合物

基质

茶、巧克力

参考文献

John W. Henderson and Ronald E. Majors, “用高分离度快速液相色谱系统进行黄嘌呤类化合物的高通量分析”
安捷伦科技出版物 **5989-4857CHCN,**
www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

1200SL

检测

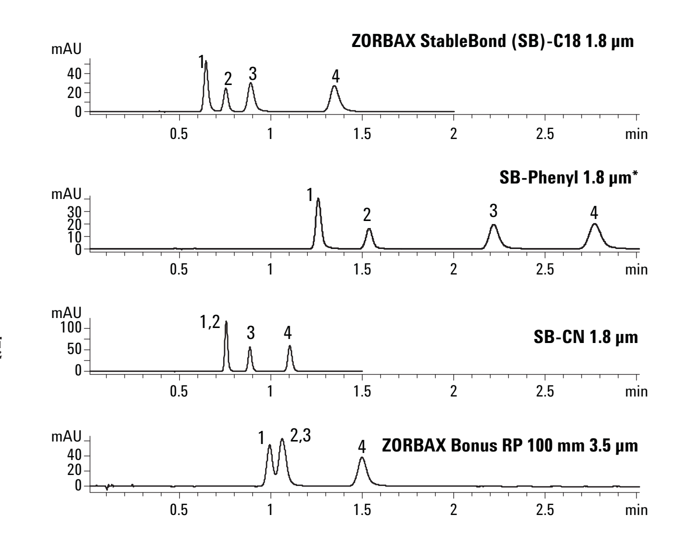
DAD 2-μL 流通池

色谱柱

RRHT, 1.8 μm 各种色谱柱

色谱柱部件号

各异



化合物：
1 1-甲基黄嘌呤
2 1,3-二甲基尿酸
3 3,7-二甲基黄嘌呤
4 1,7-二甲基黄嘌呤
* 试生产批次

图2． ZORBAX固定相分离黄嘌呤化合物的选择性比较

条件	
色谱柱	ZORBAX SB-C18, 4.6 X 50 mm, 1.8 μm SB-Phenyl, 4.6 X 50 mm, 1.8 μm ZORBAX Bonus-RP, 4.6 X 50 mm, 1.8 μm Bonus-RP, 4.6 X 100 mm, 3.5 μm
流动相	A = 含 0.2% 甲酸的水溶液 B = 含 0.2% 甲酸的乙腈溶液
等度组成	98% A 2% B (v/v)
流速	1.5 mL/min
进样量	分别为 2, 4, 6 μL
检测器	DAD, 254 nm
流通池	3 μL, 2-mm 光程

主要分析物

人参皂甙第1部分

基质

人参

参考文献

Bernard Permar and Ronald E. Majors, "Analysis of a Complex Natural Product Extract From Ginseng – Part 1: Structure Elucidation of Ginsenosides by Rapid Resolution LC–ESI TOF with Accurate Mass Measurement," 安捷伦科技出版物 **5989-4506EN,** www.agilent.com/chem/cn

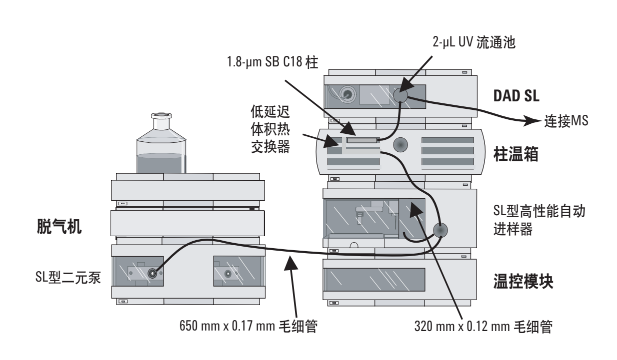


图1.　连接MS用的安捷伦1200系列二元泵LC系统（低延迟体积配置）

表1.　人参皂甙的经验分子式和结构解析获得的质量准确度

测定质量	计算质量	实验式	质量准确度 [mDa]	质量准确度 [ppm]
1109.6129	1109.6108	$C_{54}H_{93}O_{23}$	2.10	–1.90
1091.6012	1091.6002	$C_{54}H_{91}O_{22}$	1.00	–0.91
785.5047	785.5051	$C_{42}H_{73}O_{13}$	–0.40	0.53
767.4950	767.4946	$C_{42}H_{71}O_{12}$	0.40	–0.58
749.4854	749.4840	$C_{42}H_{69}O_{1}1$	–1.40	1.88
425.3784	425.3783	$C_{30}H_{49}O$	0.10	–0.14
407.3679	407.3678	$C_{30}H_{47}$	0.10	–0.30
343.1248	343.1240	$C_{12}H_{23}O_{11}$	0.80	2.23
325.1136	325.1135	$C_{12}H_{21}O_{10}$	0.10	–0.39

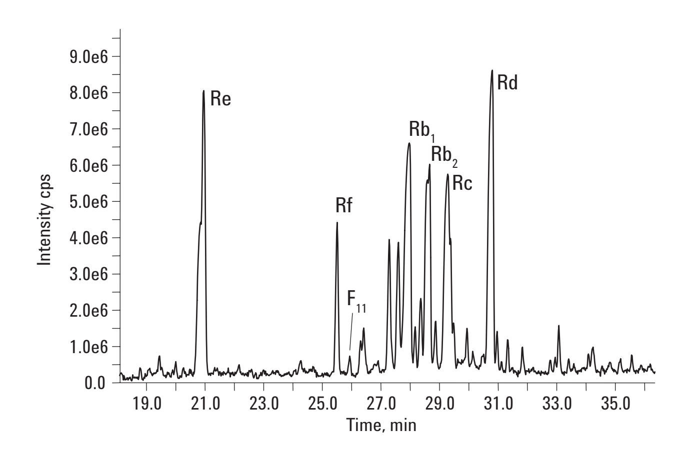


图3.　含有亚洲人参提取物主成分的RR-LC-TOF基峰色谱图

系统概况

LC系统

1200SL

检测

MS TOF ESI+

色谱柱部件号

SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 1.8 µm

色谱柱部件号

820700-902

方法：

Agilent 1200系列二元泵系统SL操作条件如下：

溶剂A	水 + 0.1 % TFA
溶剂B	乙腈 + 0.1 % TFA 流速：0.5 mL/min
梯度	0 分钟5 % B, 1分钟5 % B, 60 分钟85 % B, 61分钟95 % B, 70 分钟95 % B
停止时间	70分钟
后运行时间	15分钟

药草补剂、天然产物、植物激素

主要分析物

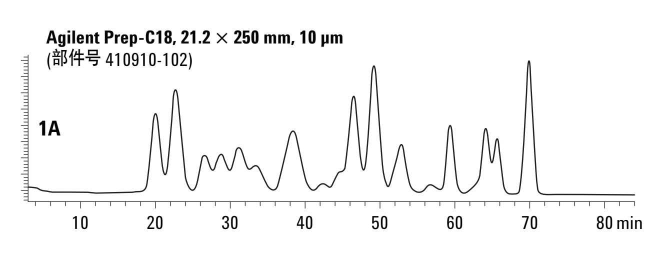
花青素

基质

蓝莓

参考文献

Cliff Woodward, "Scale-Up of Anthocyanin Separations and Re-Analysis of Collected Fractions on an Agilent Prep-C18 Column," 安捷伦科技出版物 **5989-0591EN,** www.agilent.com/chem/cn



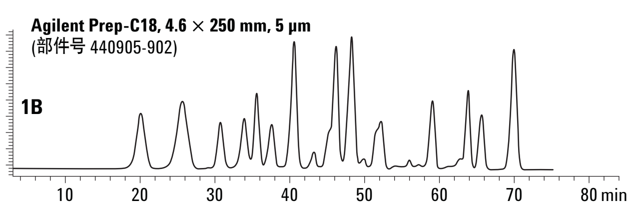


图1. 安捷伦制备柱的可缩放性

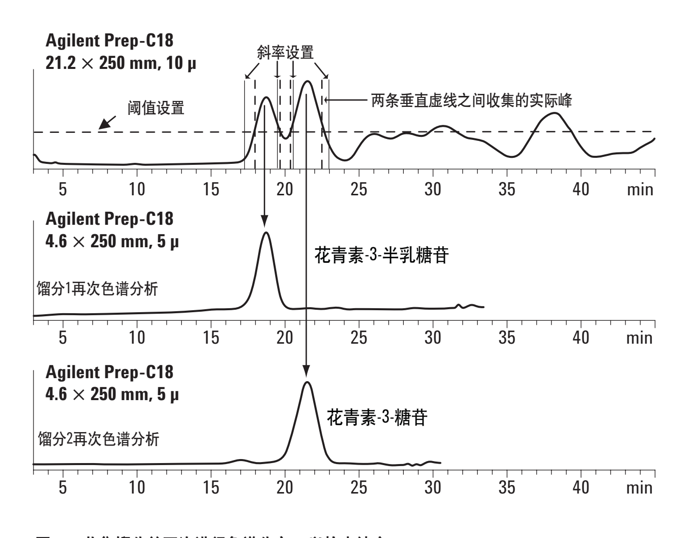


图 2. 收集馏分并再次进行色谱分离，以检查纯度

馏分纯度详见应用报告

条件

1A

色谱柱	Agilent Prep-C18, 21.2 X 250 mm, 10 µm
温度	室温
DAD 波长	525 nm
进样	2000 µL
样品	蓝莓提取物 46.1 mg/mL总溶解的固体 (~5 mg/mL 花青素)
流速	21.2 mL/min

1B

色谱柱	Agilent Prep-C18, 4.6 X 250 mm, 5 µm
温度	室温
DAD 波长	525 nm
进样	100 µL
样品	蓝莓提取物 46.1 mg/mL总溶解的固体 (~5 mg/mL 花青素)
流速	1.0 mL/min

流动相

A = 0.1% TFA水溶液

B = 0.1% TFA甲醇溶液

梯度时间表

时间(分钟)	% 溶剂B
0.00	23.0
35.00	26.0
85.00	53.5

系统概况

LC系统

制备

检测

DAD

色谱柱

Prep-C18, 21.2 mm X 250 mm, 10 µm, 与 4.6 mm X 250 mm, 5 µm

色谱柱部件号

410910-102 和 440905-902

药草补剂、天然产物、植物激素

主要分析物

花青素

基质

标准

参考文献

Robert Ricker, “High-Efficieny and High-Speed Separation of Natural Anthocyanins,” 安捷伦科技出版物 **5988-6362EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

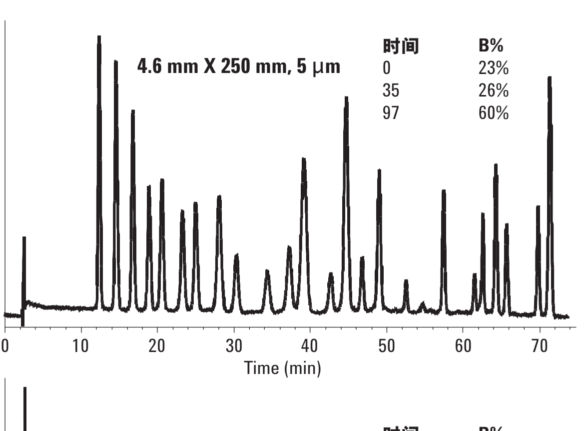
DAD

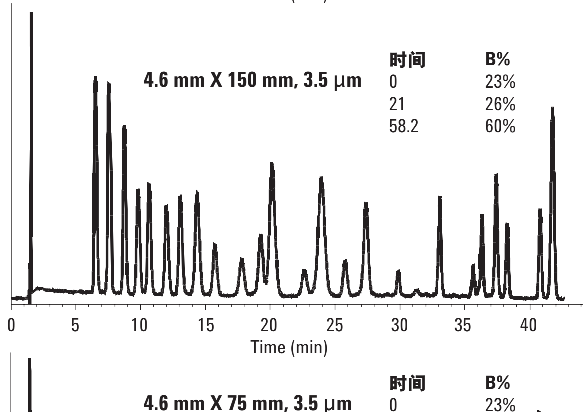
色谱柱

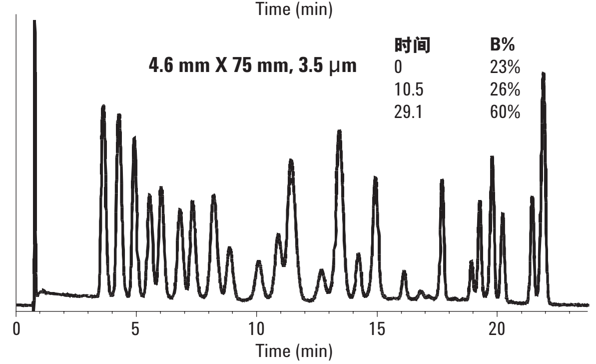
ZORBAX SB-C18, 4.6 mm, 5 µm 与 3.5 µm

色谱柱部件号

见应用报告







条件

色谱柱	ZORBAX SB-C18, 250 mm X 4.6 mm, 5 µm, (安捷伦部件号 880975-902)
	ZORBAX SB-C18, 150 mm X 4.6 mm, 3.5 µm, (安捷伦部件号 863953-902)
	ZORBAX SB-C18, 75 mm X 4.6 mm, 3.5 µm, (安捷伦部件号 866953-902)
流动相	A: 3% 磷酸, B: 100% 甲醇
梯度	97分钟内，从23% B到60% B 58分钟内，从23% B到60% B 29分钟内，从23% B到60% B
流速	1 mL/min
柱温	30 °C
进样量	20 µL
检测器	DAD, 检测波长525 nm

药草补剂、天然产物、植物激素

主要分析物

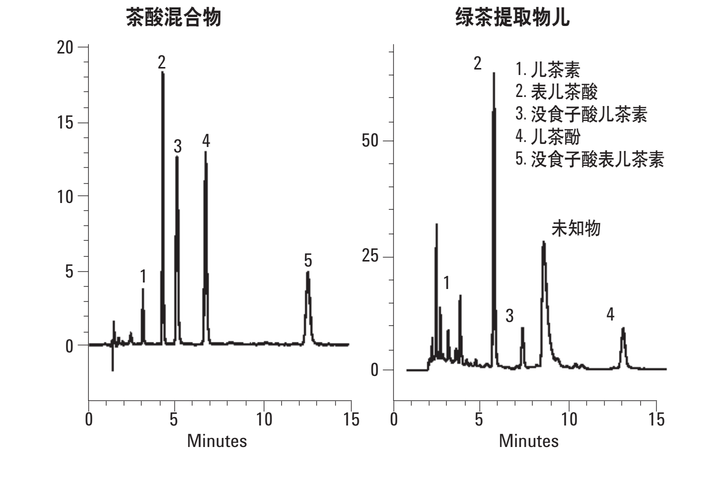
类黄酮、儿茶酸

基质

标准

参考文献

Robert Ricker, "Epigallocatechin 3-O-gallate extract from green tea," 安捷伦科技出版物 **5988-6357EN,** www.agilent.com/chem/cn



系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

863953-906

条件	
色谱柱	ZORBAX SB-C8, 4.6 mm, 150 mm X 3.5 µm (安捷伦部件号 863953-906)
流动相 A	75%，含0.1%三氟醋酸水溶液
流动相 B	25%甲醇
流速	1 mL/min
柱温	40 °C
进样量	5 µL
检测器	DAD，检测波长280 nm

防腐剂

主要分析物

香料、甜味剂、防腐剂

基质

软饮料

参考文献

Michael Woodman, “Rapid Screening and Analysis of Components in Nonalcoholic Drinks,” 安捷伦科技出版物 **5989-5178EN,** www.agilent.com/chem/cn

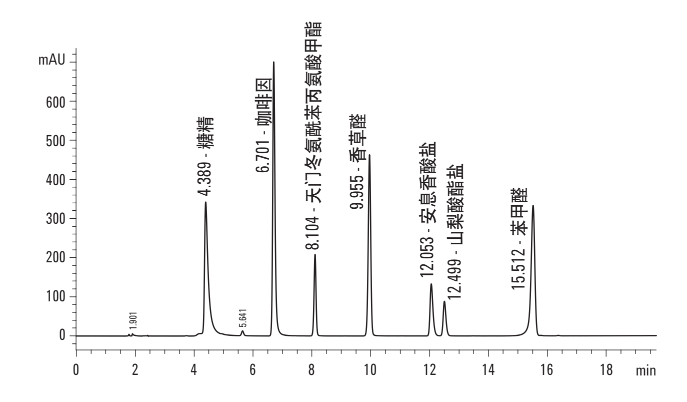


图 1.　用4.6 X 250 mm, 5 µm ZORBAX SB-C18对软饮料添加剂进行梯度分离

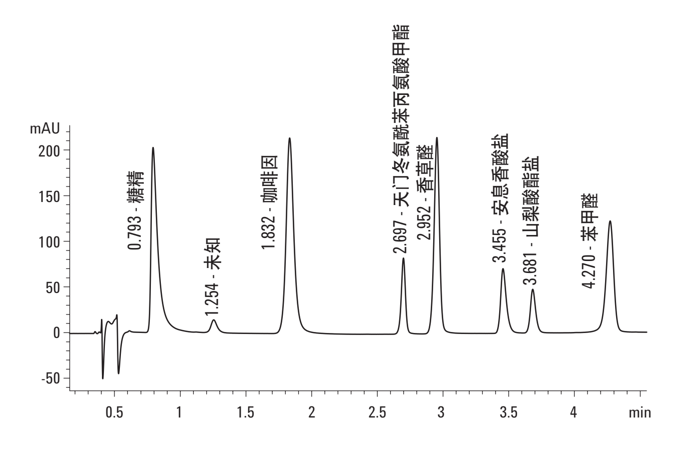


图2.　用3.0 X 50 mm, 1.8-µm ZORBAX SB-C18对软饮料添加剂进行梯度分离

系统概况

LC系统

1200SL

检测器

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm;
3 mm X 50 mm, 1.8 µm (600 bar)

色谱柱部件号

827975-302 (1.8 µm), 880975-902 (5 µm)

条件

系统

Agilent 1200 系列高分离度快速液相色谱, 包括:
G1379B 微量脱气机
G1312B 二元泵 SL
G1367C HiP ALS自动进样器SL, 带温度控制
G1316B 柱温箱 SL
G1315C UV/VIS 二极管阵列SL, 流通池见各色谱图
化学工作站 32-bit 版本 B.02.01

色谱柱	Agilent ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm Agilent ZORBAX SB-C18, 3.0 mm X 50 mm, 1.8 µm

流动相条件

有机溶剂	乙腈 (ACN) 或乙腈含0.1%甲酸
水相溶剂	20 mm磷酸溶于Milli-Q水中，用氨水调pH至3.65，或Milli-Q水含0.1%甲酸

梯度条件

梯度斜率	每个柱体积 2.8% 流速和梯度时间见每张色谱图

样品

1. 糖精、咖啡因、天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯、香草醛、苯甲酸、山梨酸、苯甲醛标准混合物，各50 µg/mL，溶于1/1甲醇/水中
2. 各种软饮料，用时脱碳酸

防腐剂

主要分析物

尼泊金酯类防腐剂, 苯氧乙醇

基质

标准

参考文献

Coral Barbas, Javier Rupérez, Andre Dams, and Ronald E. Majors, “Separation of Paraben Preservatives by Reversed-Phase HPLC,” 安捷伦科技出版物 **5989-3635EN**, www.agilent.com/chem/cn

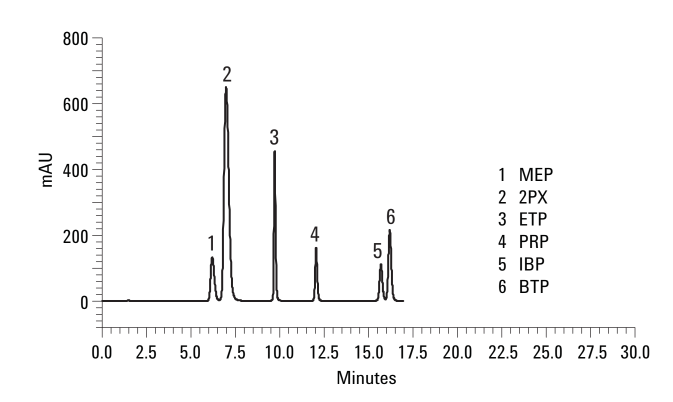


图1. 反相HPLC分离防腐剂

表1. 防腐剂化合物的结构和浓度

2PX:	2-苯氧乙醇 (1.4 mg/mL)	C_6H_5–O–CH_2–CH_2OH
MEP:	对羟基苯甲酸甲酯 (0.30 mg/mL)	HO–C_6H_4–C(=O)–OCH_3
ETP:	对羟基苯甲酸乙酯 (0.07 mg/mL)	HO–C_6H_4–C(=O)–OC_2H_5
PRP:	对羟基苯甲酸丙酯 (0.04 mg/mL)	HO–C_6H_4–CO–CH_2–CH_2–CH_3
IBP:	对羟基苯甲酸异丁酯 (0.04 mg/mL)	HO–C_6H_4–CO–CH_2–CH(CH_3)–CH_3
BTP:	对羟基苯甲酸丁酯 (0.08 mg/mL)	HO–C_6H_4–CO–C_4H_9

条件

色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB-C18 RR色谱柱，4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm
流动相	溶剂A: 水 溶剂B: 甲醇
梯度	时间 % 甲醇 0 38 5 38 6 60 16 60 17 62 20 38
流速	0.8 mL/min
温度	40 °C
检测器	UV 254 nm
进样量	5 µL

系统概况

LC系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX XDB-C18, 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

963967-902

蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物

蛋白质

基质

小麦

参考文献

Robert Ricker, "Stationary-Phase Selectivity Comparison: High-Molecular-Weight, Alkylated, Wheat Glutenin, Protein Subunits," 安捷伦科技出版物 **5988-6358EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

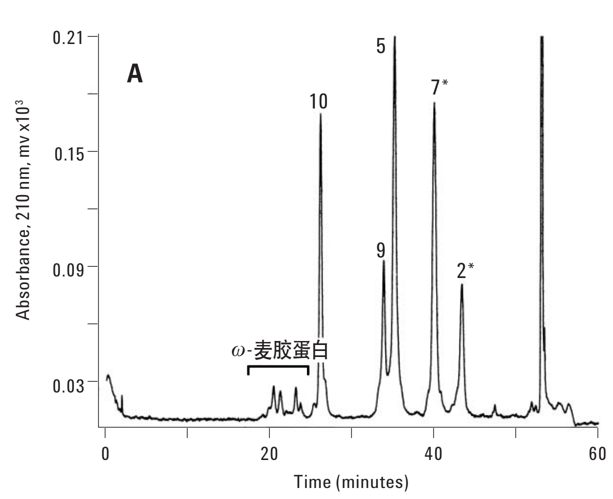
ZORBAX 300 SB-CN, 300 SB-C8

色谱柱部件号

883995-906, 883995-905

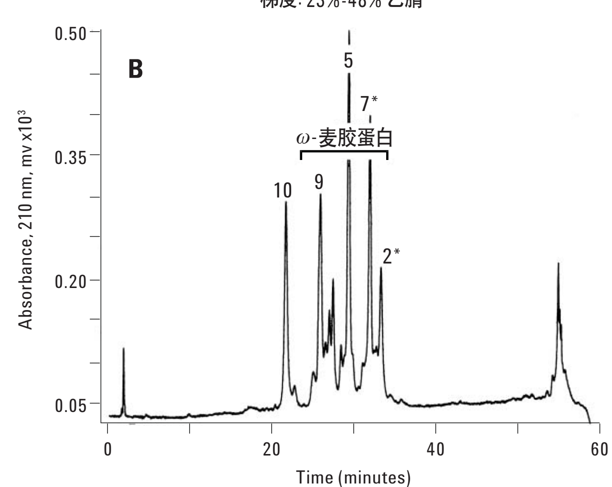
ZORBAX 300 SB-C8

梯度: 23%-48% 乙腈



ZORBAX 300 SB-CN

梯度: 23%-48% 乙腈



条件	
色谱柱	ZORBAX 300 SB-CN, 300 SB-C8 4.6 mm X 150 mm (安捷伦部件号 883995-906, 883995-905)
流动相	同上含 0.1% TFA, 水
梯度	60 分钟
流速	1.0 mL/min
温度	50 °C
检测器	DAD

蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物

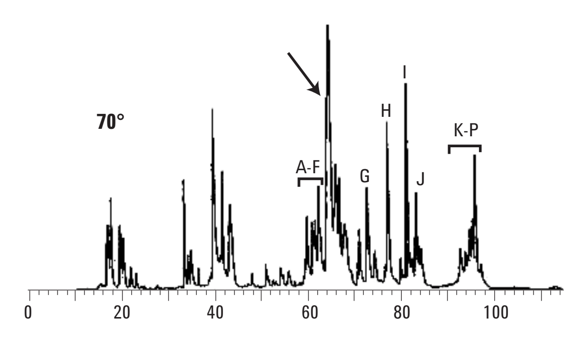
蛋白质

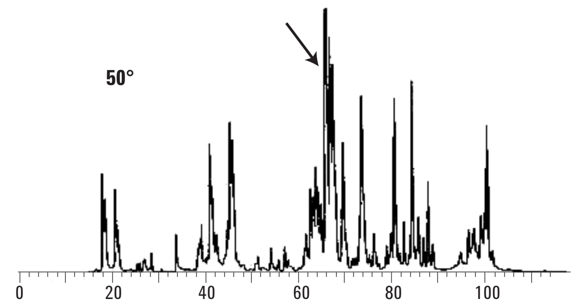
基质

小麦

参考文献

Robert Ricker, “Effect of temperature on separation of a wheat protein,” 安捷伦科技出版物 **5988-6348EN,** www.agilent.com/chem/cn





系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX 300 SB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

883995-906

条件	
色谱柱	ZORBAX 300 SB-C8, 150 mm X 4.6 mm, (安捷伦部件号 883995-906)
流动相	A: 含 0.1% 三氟醋酸的水溶液 B: 含 0.1% 三氟醋酸的乙腈溶液
流速	1 mL/min
梯度	0 分钟 23% B， 120 分钟 48% B
柱温	50 和 70 °C
进样量	15 µL
检测器	DAD, 检测波长 210 nm

蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物

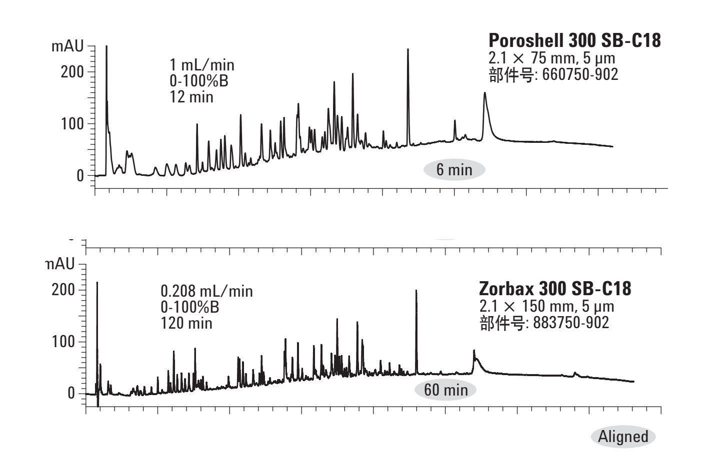
BSA (牛血清白蛋白)消化产物, 多肽

基质

标准

参考文献

Robert D. Ricker and Cliff Woodward, “Decreasing Analysis Time Using Poroshell 300 SB-C18 in Analysis of a Protein Digest,” 安捷伦科技出版物 **5988-6081EN**, www.agilent.com/chem/cn



条件	
色谱柱	300 SB-C18 (如前所述)
流动相	A = 95% H2O, 5% 乙腈, 0.1% TFA B = 5% H2O, 95% 乙腈, 0.07% TFA
流速	同上
活塞冲程	20 µL
检测	UV: 215 nm
温度	70 °C
Agilent 1100 多孔板自动进样器（使用降低延迟体积设置）	
进样量	20 µL (0.22 µg/1 µL)
样品	BSA胰酶消化产物 (15小时, 70 pmol)

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

DAD

色谱柱

Poroshell 300SB-C18, 2.1 mm X 75 mm, 5 µm

ZORBAX 300SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

660750-902 和 883750-902

蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物

AAA氨基酸

基质

标准

参考文献

John W. Henderson, Robert D. Ricker, Brian A. Bidlingmeyer,and Cliff Woodward, "快速、准确、重现性好的HPLC氨基酸分析方法" 安捷伦科技出版物 **5980-1193CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

四元或二元梯度组件

检测

FLD/OPA-FMOC

色谱柱

Eclipse-AAA, 4.6 mm X 75 mm 以及 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm; 3 mm X 150 mm, 3.5 µm; 以及 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

见应用报告

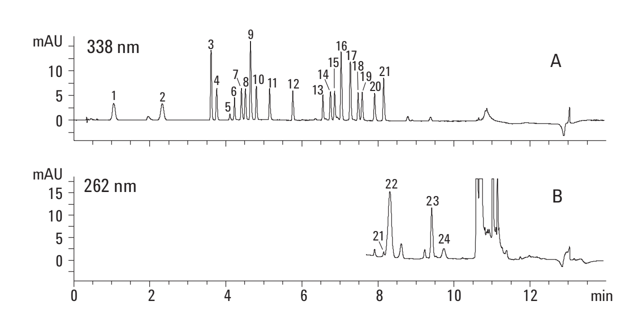


图1. 用Eclipse-AAA方案对24种氨基酸进行高通量常规分离。柱尺寸为4.6 × 75 mm, 3.5 µm。检测：A. 338 nm (OPA 氨基酸), B. 262 nm (FMOC-氨基酸)

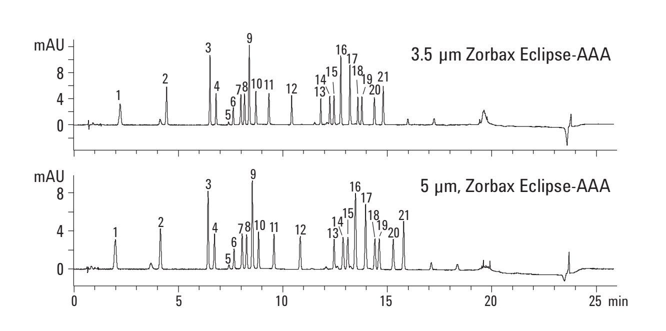


图2. 用5 µm 和3.5 µm ZORBAX Eclipse-AAA柱对21种氨基酸进行高分离分析。柱尺寸为 4.6 × 150 mm。检测器：338 nm (OPA氨基酸)

流动相

流动相A	40 mM Na_2HPO_4 pH 7.8[5.5 g NaH_2PO_4,（一水化物）+ 1升水，用NaOH 溶液(10 N)调节pH至7.8]	
流动相B	乙腈: 甲醇: 水 (45:45:10, v/v/v)	

通常配制10倍浓缩的贮备液，先不调pH。溶液可以保存几周，用时稀释并调节pH。所有流动相试剂都应为HPLC级。

泵的设置

流速	2 mL/min	
停止时间	14 分钟(75 mm柱) 或26分钟 (150 mm柱)	
后运行时间	关闭	
梯度	75 mm长柱子的梯度	
	时间 (分钟)	% B
	0	0
	1	0
	9.8	57
	10	100
	12	100
	12.5	0
	14	0

主要分析物

药物

基质

水

参考文献

Chin-Kai Meng, Stephen L. Werner, and Edward T. Furlong, "利用固相萃取和液相色谱/质谱/质谱在正离子模式下检测水中的医药类化合物" 安捷伦科技出版物 **5989-5319CHCN,** www.agilent.com/chem/cn

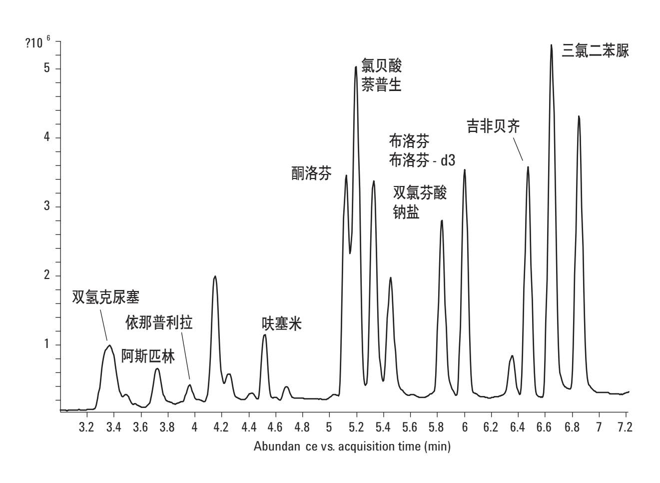


图1. 11种药物的负离子模式TIC

系统概况

LC系统

1200SL

检测

MSMS QQQ ESI±

色谱柱

Extend-C18, 2.1 mm X 100 mm, 1.8 µm

色谱柱部件号

728700-902

条件

色谱柱	ZORBAX Extend-C-18, RRHT, 2.1 mm X 100 mm, 1.8 µm	
柱温:	40 °C	
流动相 A	0.1%甲酸水溶液, 加NH_4OH缓冲液调 pH 至5.5	
流动相 B	乙腈 (ACN)	
流速:	0.3 mL/min	
梯度:	时间	%B
	0	0
	15	100
	20	100
	21.5	0

控制使用的/危险的药物

主要分析物

硝基呋喃类

基质

家禽, 虾

参考文献

Bernhard Wüst, Christian Sauber, and Hans (J.) A. van Rhijn "Quantitation of Nitrofuran Metabolites in Shrimp and Poultry by LC/MS/MS Using the Agilent LC/MSD Trap XCT," 安捷伦科技出版物 **5989-0738EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MSn 离子阱 XCT ESI+

色谱柱

ZORBAX XDB-C8, 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

971700-906

HPLC方法性能

总量RSD	4.3%
总回收率	100%

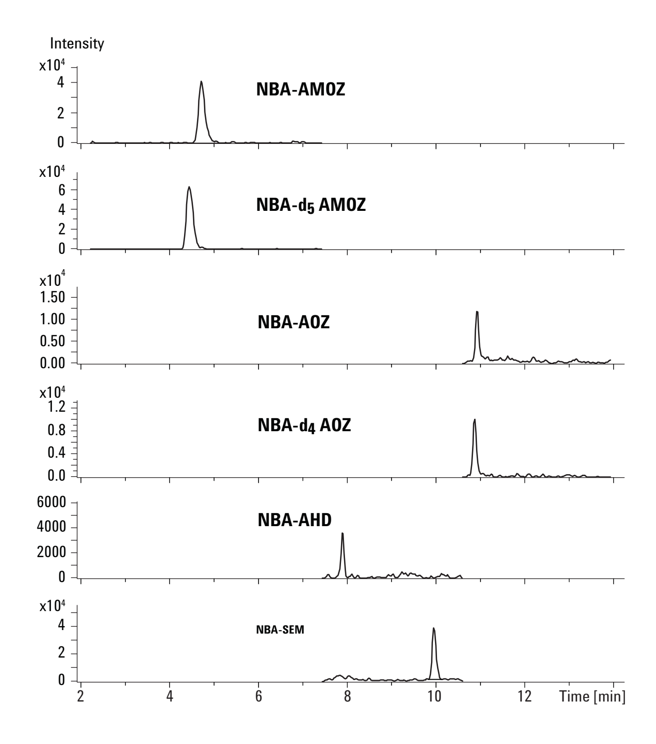


图5. 0.25 µg/kg 阳性虾样品的典型色谱图

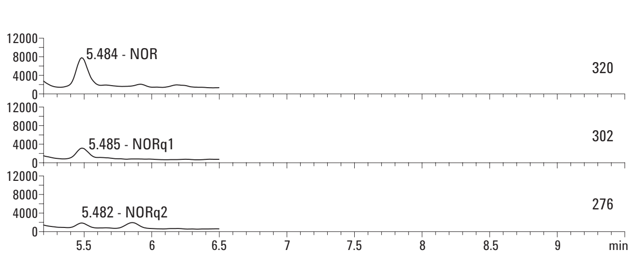
LC/MS/MS方法细节	
HPLC	Agilent 1100
流速	0.4 mL/min
色谱柱	ZORBAX XDB-C8, 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm
流动相	A: 水 + 0.1% 醋酸 B: 乙腈 + 0.1% 醋酸
梯度	0–14 分钟: 10% A - 45% A; 14–16 分钟: 45% A - 90% A
进样	50 µL 中进样 500 µL
MS 1100 LCMSD XCT 离子阱	
电离方式	ESI+
雾化器压力	45 psi
干燥气流量	12 L/min
干燥气温度	350 °C
锥孔电压	20 V
毛细管出口电压	55 V
离子阱驱动	55
ICC	打开

控制使用的/危险的药物

诺氟沙星(IS)
330 = [M + H]$^+$
302 = [M – H_2O + H]$^+$
276 = [M – CO_2 + H]$^+$

5.530 - NOR
5.531- NORq1
5.532 - NORq2

牛肾空白



主要分析物

氟喹诺酮类

基质

牛肾

参考文献

Ralph Hindle and Chin-Kai Meng, "高效液相色谱-电喷雾质谱分析牛肾组织中的氟喹诺酮" 安捷伦科技出版物 **5989-0596EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

二元梯度

检测

MSD ESI+

色谱柱

ZORBAX XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993967-902

HPLC

色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB-C8, 150 mm X 4.6 mm, 5 µm (部件号 993967-906)
溶剂 A	含 0.1% 甲酸的水溶液
溶剂 B	含 0.1% 甲酸的乙腈溶液
梯度	t_0 = 20% B t_1 = 20% B t_8 = 90% B t_{15} = 90% B 后运行时间 = 2.0 分钟
流速	0.4 mL/min
进样量	50 µL
柱温	30 °C

MSD

离子源	电喷雾电离 (ESI) (正离子模式)
离子驻留时间	14 个离子各 40 ms
碰撞诱导解离电压	对不同离子各不相同
干燥气流量	12 L/min
雾化器压力	30 psi
干燥气温度	350 °C
毛细管电压	4000 V

主要分析物

氯霉素(CAP)

基质

虾, 蜂蜜

参考文献

G. Vanhoenacker, F. Davis, P. Sandra, “Detection, Confirmation, and Quantitation of Chloramphenicol in Honey and Shrimp at Regulatory Levels Using Quadrupole and Ion Trap LC/MS,” 安捷伦科技出版物 **5988-9920EN,** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MSD及MSn离子阱ESI⁻

色谱柱

ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993967-902

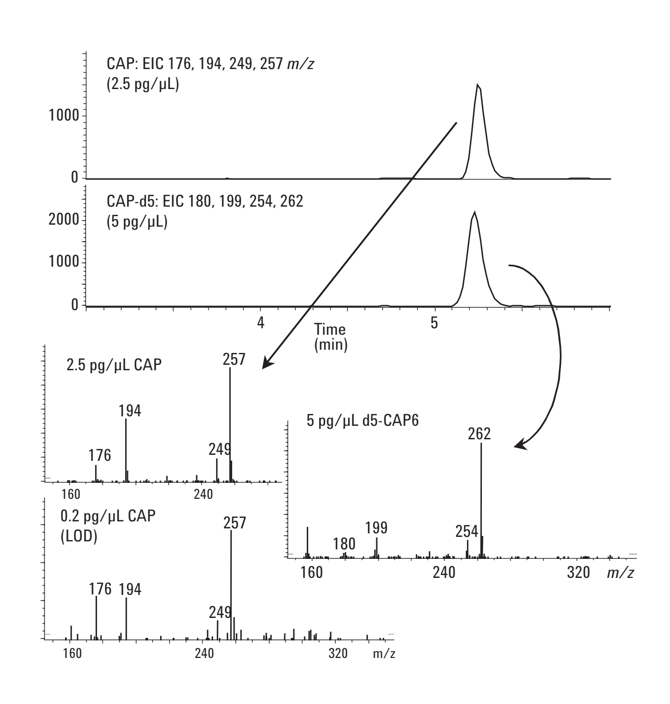


图2. 用LC/MSD离子阱MS/MS图谱分析标准溶液（含2.5 pg/mL CAP和5 pg/mL CAP-d5 (IS)），以及含0.2 pg/mL CAP标准溶液的MS/MS图谱分析

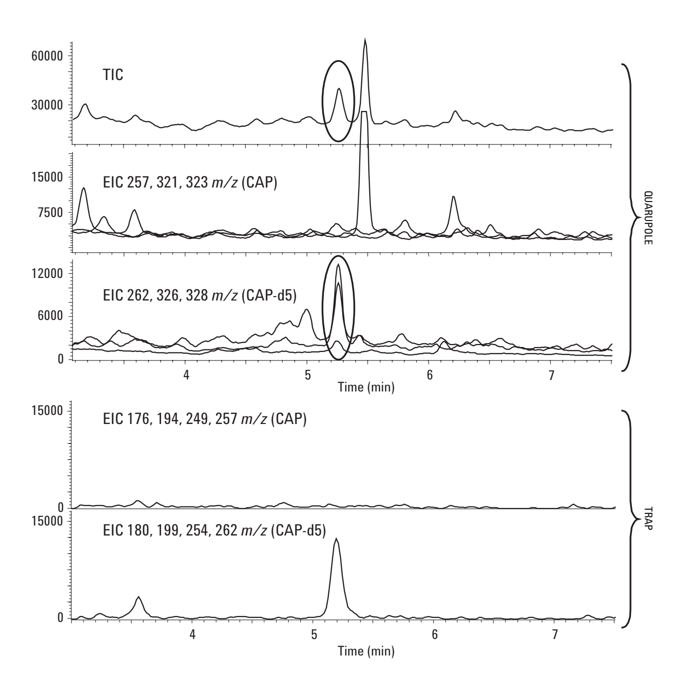
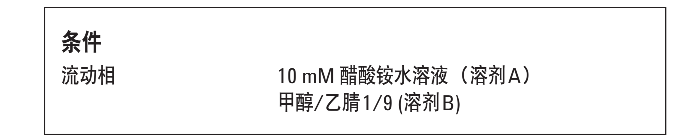


图4. 含1 ppb CAP-d5空白蜂蜜样品的分析



条件

流动相	10 mM 醋酸铵水溶液（溶剂A） 甲醇/乙腈1/9 (溶剂B)

主要分析物

磺胺类药物

基质

肉类

参考文献

Hiroki Kumagai and Adebayo Onigbinde, "用HPLC分析肉类食品中的残留合成抗生素" 安捷伦科技出版物 **5988-7135EN**, www.agilent.com/chem/cn

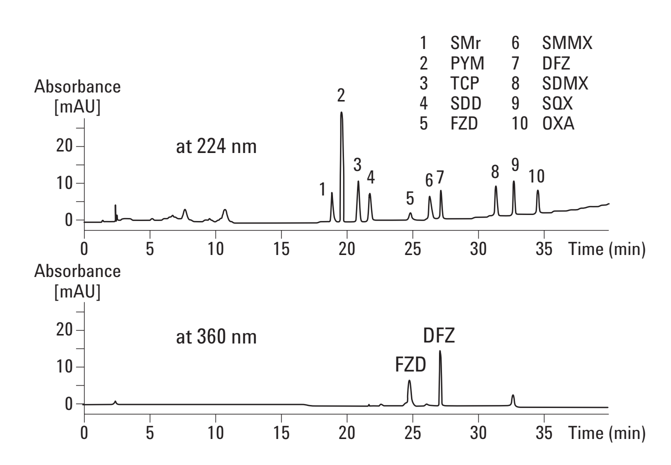


图 1. 标准溶液色谱图，分析物各含2 μg/mL

系统概况

LC系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

RP-18 Purospher, 250 mm X 4 mm, 5 μm

色谱柱部件号

79925PU-584

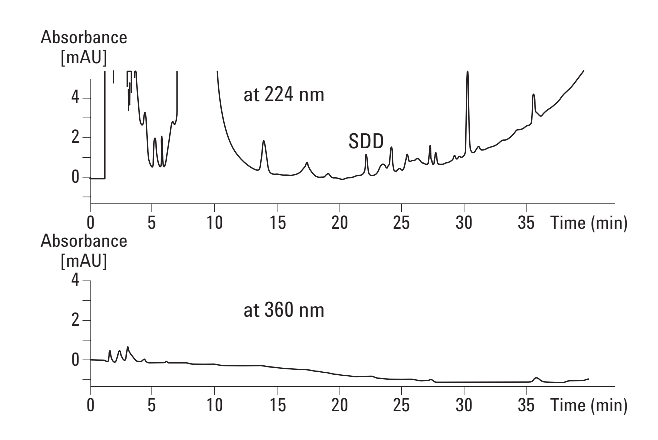


图2. 牛肉提取物色谱图

条件

色谱柱	RP-18 Purospher, 250 mm X 4 mm, 5 μm (安捷伦部件号 79925PU-584)
流动相	A: 0.7% 磷酸 B: 乙腈
梯度	0分钟5% B 10分钟65% B 40分钟65% B 45分钟65% B
后运行时间	7 分钟
流速	1 mL/min
柱温	40 °C
进样量	20 μL
检测器	DAD 检测波长338/10 nm, 264/8 nm和 360/8, 参比波长关闭

主要分析物

磺胺药物

基质

标准

参考文献

Rainer Schuster and Christine Miller, “采用带有二极管阵列检测器和质谱检测器的毛细液相色谱分析低pg范围的磺胺药物” 安捷伦科技出版物 **5980-2499EN,**
www.agilent.com/chem/cn

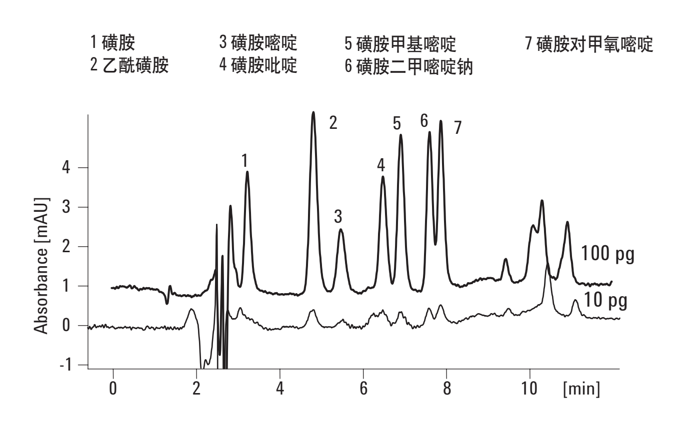


图1. 用二极管阵列分析7种磺胺混合物（进样量100 nL，绝对量分别为10 pg和100 pg）

系统概况

LC系统

CapLC

检测

DAD MSD ESI+

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 0.5 mm X 150 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

5064-8262

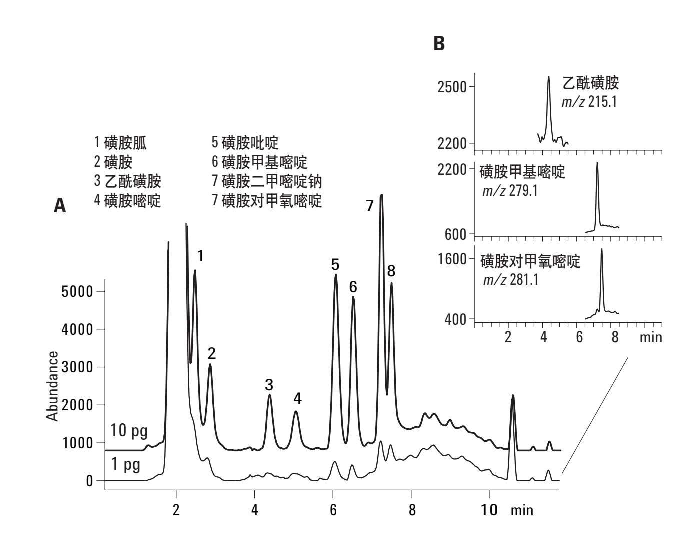


图 2. 用MSD和SIM分析10 pg和1 pg标准混合物——SIM（A）的总离子流图和SIM（B）的提取离子流图

条件	
流动相	A = 0.1 %甲酸水溶液
	B = 0.1 %甲酸乙腈溶液

主要分析物

HMF羟甲基糠醛

基质

面包、谷类食品、酸奶

参考文献

Vural Gökmen, Hamide Z. Senyuva, “用液相色谱-质谱法（LC-MS）快速测定食品中的羟甲基糠醛” Agilent 安捷伦科技出版物 **5989-5403CHCN,** www.agilent.com/chem/cn

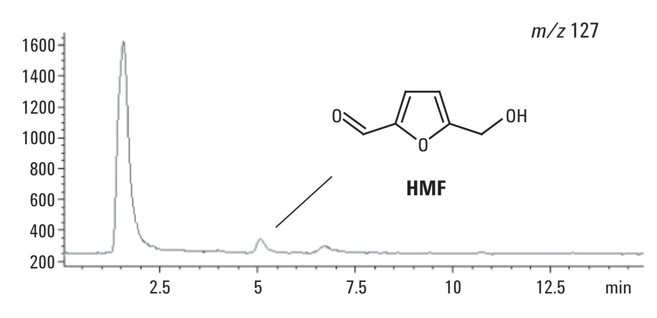


图3. 面包样品的提取离子色谱图 (HMF 浓度为17.5 µg/g)

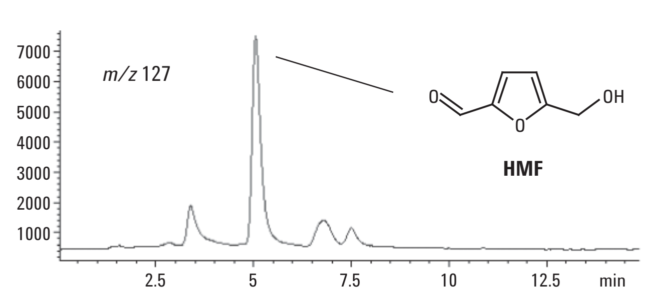


图4. 果味酸奶样品的提取离子色谱图 (HMF浓度为0.2 µg/g)

系统概况

LC系统

二元梯度G1312A或 G1312B

检测

MSD APCI⁺

色谱柱

Bonus-RP, 2.1 mm X 100 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

861768-901

条件

LC/MS

流速	0.2 mL/min
梯度	ZORBAX Bonus RP, 100 mm X 2.1 mm, 3.5 µm
流动相	0.01 mM 醋酸于 0.2% 甲酸水溶液中
进样	20 µL 中进样 1000 µL

MS 条件

电离模式	APCI⁺
雾化器压力	60 psi
干燥气流量	4 L/min
干燥气温度	325 °C
雾化器温度	425 °C
锥孔	20 V
毛细管电压	4 kV
碰撞诱导解离电压	55 eV
驻留时间	439 ms

控制使用的/危险的其它物质

主要分析物

丙烯酰胺

基质

饮用水

参考文献

Sophie Men, Johanne Beausse, Jean-Francois Garnier, "Determination of Acrylamide in Raw and Drinking Waters," 安捷伦科技出版物 **5988-2884EN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

两个双位六通阀，用于自动固相萃取

检测

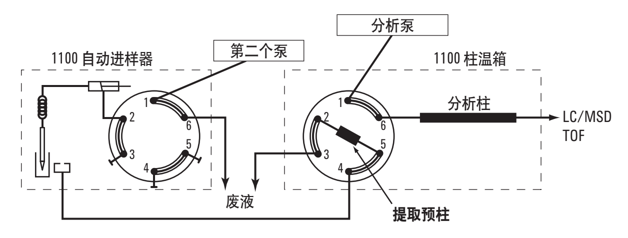
MS TOF ESI+

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

883700-922



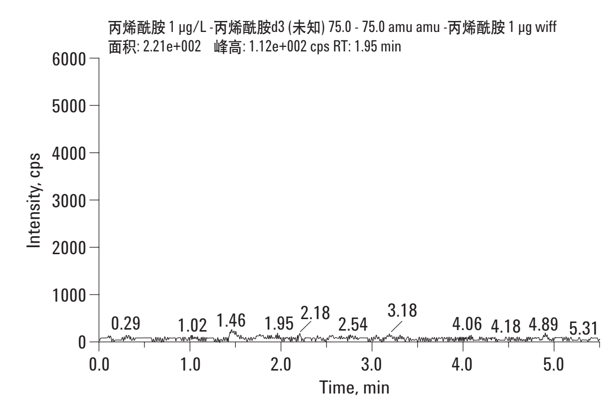


图5. 1 µg/g丙烯酰胺的提取离子流图

条件	
洗脱溶剂	A: 97% HPLC水 (含0.01% 甲酸)
	B: 3% 乙腈 (含0.01%甲酸)

控制使用的/危险的其它物质

主要分析物

铬形态

基质

水样

参考文献

Tetsushi Sakai, Ed McCurdy, and Steve Wilbur, "离子色谱（IC）ICP-MS分析天然水中铬" 安捷伦科技出版物 **5989-2481CHCN,** www.agilent.com/chem/cn

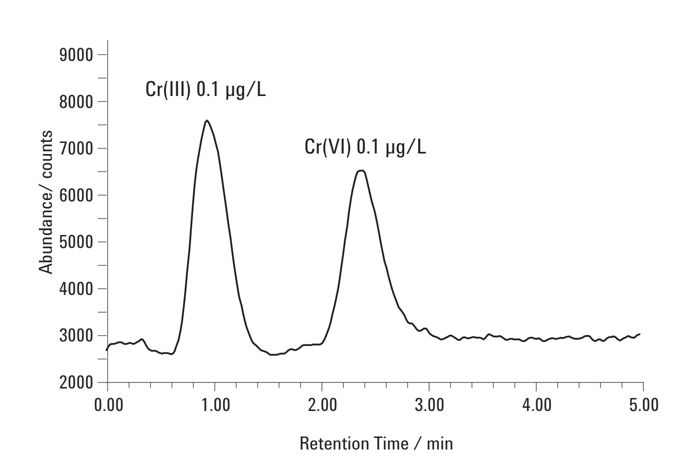


图 2. 浓度各为0.1 µg/L的Cr(III)和Cr(VI)的分离与检测

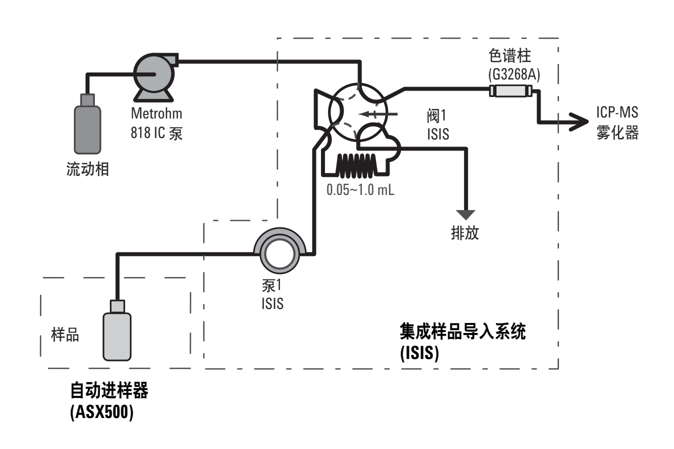


图1. 用于Cr形态分析的IC-ICP-MS配置

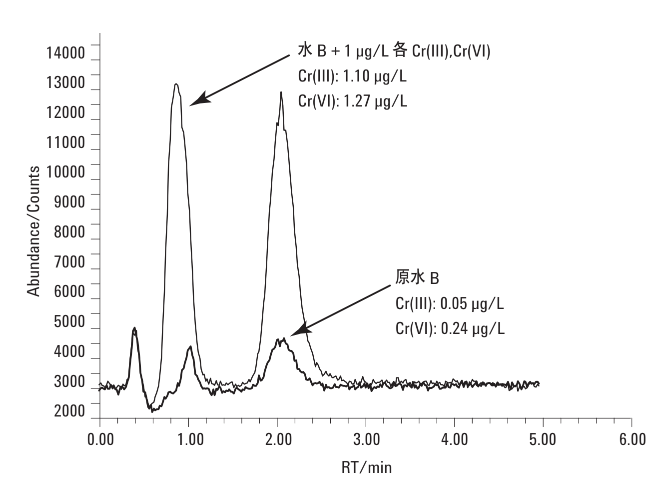


图5. 加标与未加标矿泉水A中的主要元素组成 (mg/L)和色谱图

系统概况

LC系统

Metrohm 818泵、 Agilent 7500 ISIS进样器

检测

IC-ICPMS

色谱柱

Agilent Cr, 4.6 mm X 30 mm, 5 µm

色谱柱部件号

G3268A

条件	
Cr 柱	安捷伦部件号 G3268A, 30 mm X 4.6-mm id
流动相	5 mM EDTA (Na_2), 用NaOH调节pH
流速	1.2 mL/min
柱温	室温
进样量	50~500 µL
样品制备	
反应温度	40 °C
加热时间	3 h
EDTA 浓度	5~15 mM, 用NaOH调节pH。

主要分析物

高氯酸盐

基质

水、蔬菜

参考文献

Johnson Mathew, Jay Gandhi, Joe Hedrick, “离子色谱/质谱联用分析高氯酸盐” 安捷伦科技出版物 **5989-0816CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

Metrohm IC

检测

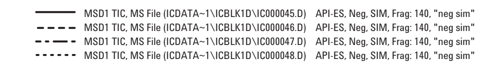
MSD ESI⁻

色谱柱

见本页上有关metrohm柱的介绍

HPLC 方法性能

总量 RSD	4.3%
总回收率	101.5%



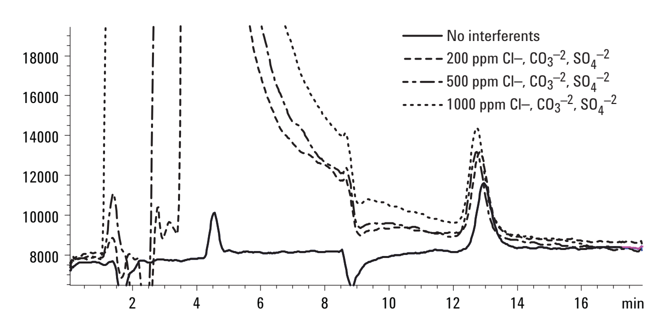


图5. 合成基质与添加了1 ppb高氯酸盐的基质图谱叠加

表1. 工作参数

Metrohm Advanced IC	
进样定量管体积	100 µL
色谱柱	MetroSep ASUPP-5 (4 mm X 100 mm)
流动相	3/7 v/v 甲醇/30 mm NaOH, 水
流速	0.8 mL/min
Agilent 1100 MSD	
调谐模式	负离子模式 “自动调谐”
V_{cap}	1400 V
干燥气流量和温度	9 L/min @ 320 °C
雾化器压力	20 psig
碰撞诱导解离电压	140 V
驻留时间 *m/z* 99	1 s
驻留时间 *m/z* 101	1 s

表2. Metrohm-Peak 离子色谱仪参数和设置

硬件	
Metrohm Advanced IC 包括Metrohm 788 自动进样器、830界面与ICNet 2.3软件、833 抑制器组件、819 Advanced IC 检测器、820 IC 分离中心、818 IC 系列双柱塞泵	
设置	
色谱柱	Metrohm ASUPP- (4 mm X 100 mm) 部件号 6.1006.510
洗脱液	3/7 v/v 甲醇/30 mM NaOH, 水
再生溶液	5/95 v/v 甲醇/60 mM HNO_3
清洗溶液	5/95 v/v 甲醇/H_2O
流速	0.8 mL/min
抑制器再生和清洗流速	0.5 mL/min
通过MSD串行接口和820 IC分离中心的事件连接，同步启动MSD和IC	

控制使用的/危险的其它物质

主要分析物

三甲铵基砷

基质

鱼类

参考文献

Raimund Wahlen, "Fast and accurate determination of arsenobetaine (AsB) in fish tissue using HPLC-ICP-MS," 安捷伦科技出版物 **5988-9893EN**, www.agilent.com/chem/cn

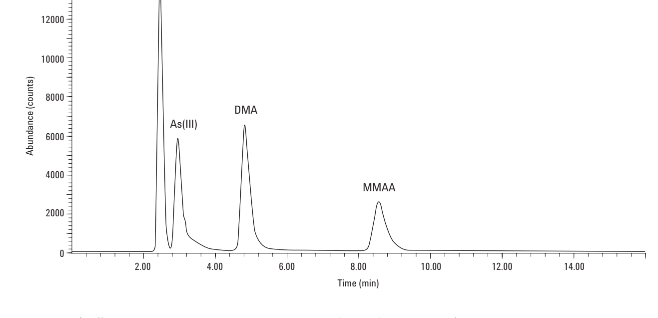


图1.　色谱图A: 2.2-mM NH_4HCO_3 2.5-mM酒石酸，1%甲醇, Hamilton PRP X-100 柱. 标准浓度 ~ 5 ng/g 同As

系统概况

LC系统

等度 G1310A

检测

ICP-MS

色谱柱

见右侧的Hamilton说明

条件	
色谱柱	Hamilton PRP X-100
流动相	A: 2.2-mM NH_4HCO_3, B: 2.5-mM酒石酸, 1%甲醇
流速	1 mL/min
柱温	40 °C
进样量	50 µL
梯度	0分钟 20% A， 30分钟100% A
检测器	HPLC-ICP-MS RF功率　1430–1550 RF匹配 1.89–1.92 V 取样深度4.0–4.8 mm 载气流量0.89–0.93 L/min 尾吹气流量0.10–0.14 L/min 可选气体氧 @ 5% 雾化室温度 0 °C 铂锥 监测的同位素 75As, 103Rh, 77Se, 53Cr 进样器直径　2.4 mm 雾化器　100 L/min PFA 2 接口泵
确证	MS图谱信息和保留时间

主要分析物

DSP 海藻毒素

基质

贝类

参考文献

Norbert Helle, Sebastian Lippemeier, and Jürgen Wendt, “用LC/MS 系统以分析模式和半制备模式鉴定和分离DSP-毒素” 安捷伦科技出版物 **5989-2912CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

四元梯度

检测

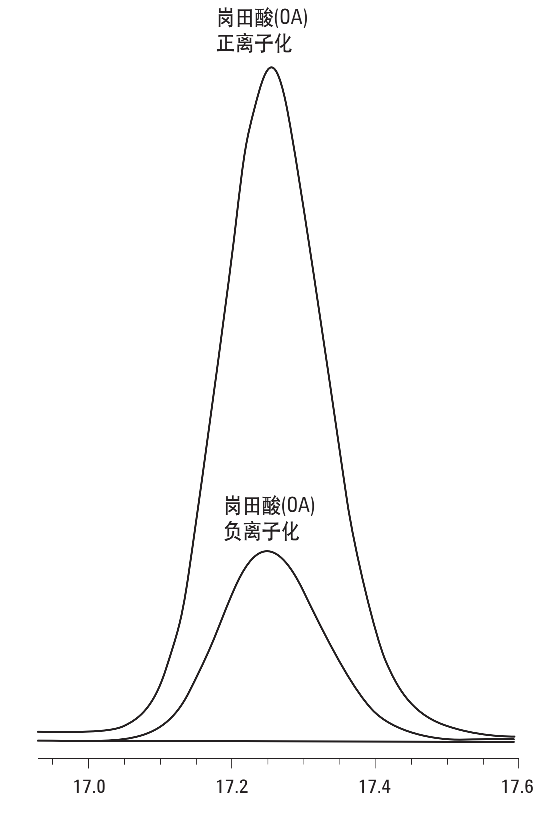
MSD ESI±

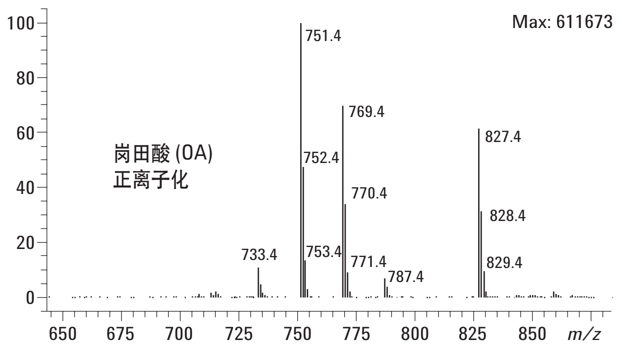
色谱柱

ZORBAX SB-C18, 3 mm X 150 mm, 5 µm;
9.4 mm X 50 mm, 5 µm 半制备

色谱柱部件号

883975-302 and 846975-202





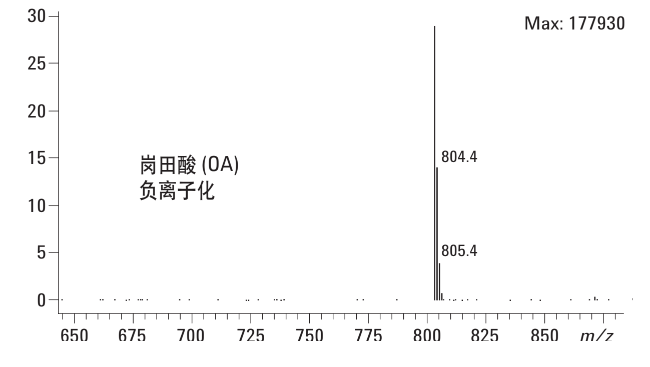


图4. OA的LC/MS分析

续

LC/MS 方法细节 – 分析

LC 条件

仪器	Agilent 1100 HPLC (四元泵)
色谱柱	ZORBAX SB-C18, 3.0 mm X 150 mm, 5 µm
流动相	A水 (0.1%甲酸)、 B 甲醇
梯度	0分钟时20% B、 5分钟时20% B 、 20分钟时80% B
停止时间	28分钟
Post time	4 分钟
流速	0.6 mL/min
进样量	10 µL

MS 条件

仪器	Agilent LC/MSD
离子源	正离子/负离子切换 ESI
干燥气流量	12 L/min
雾化器	60 psig
干燥气温度	350 °C
V_{cap}	3000 V (正离子和负离子)

LC/MS方法细节 – 半制备

LC 条件

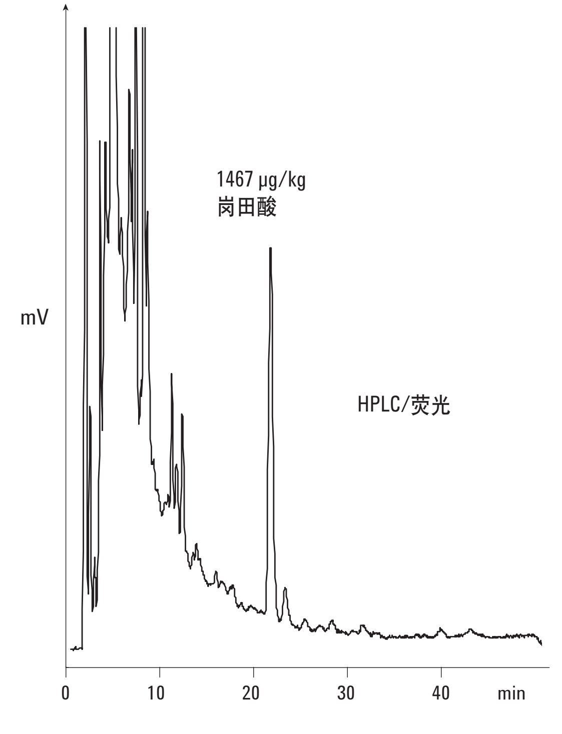
仪器1	Agilent 1100 HPLC (四元泵)
色谱柱	ZORBAX SB-C18, 9.4 mm X 50 mm, 5 µm
流动相	A 水 (0.1%甲酸) B甲醇
梯度	0分钟时20% B、 5分钟时20% B 、 20分钟时80% B
停止时间	28分钟
Post time	4 分钟
流速	7.0 mL/min
进样量	100 µL (250 µL 采用多次吸取模式)
仪器 2	Agilent 1100 HPLC (等度泵)（用于流量补偿）
流速	0.8 mL/min (50% H_2O + 50% MeOH + 0.1% 甲酸)
主动分流器	分流比 271:1

MS 条件

仪器	Agilent LC/MSD
离子源	ESI^-
干燥气流量	12 L/min
喷雾器	60 psig
干燥气温度	350 °C
V_{cap}	3000 V (正离子)

MSD 馏分收集设置

FC模式	使用方法目标质量；加合：$(M–H)^-$



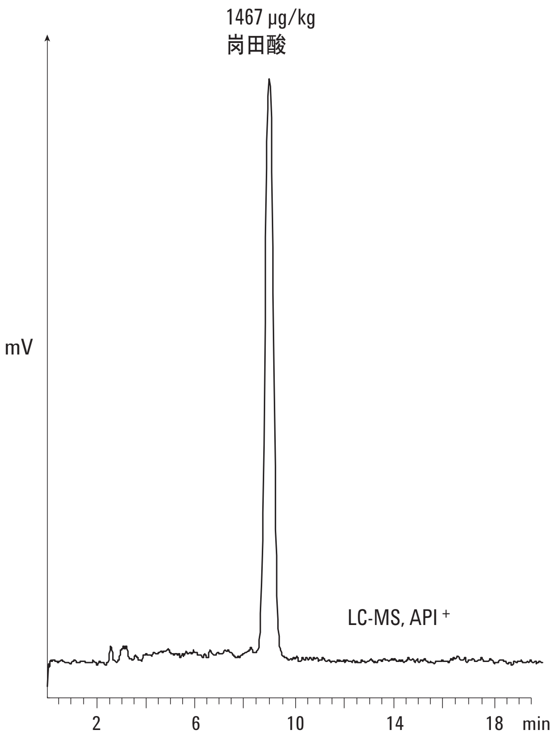


图5. 贝类中海藻毒素的对比分析

控制使用的/危险的天然毒素

主要分析物

毒枝菌素、烟曲霉素

基质

谷物

参考文献

Friedrich Mandel, "液质联用方法用于烟曲霉素的分析"
安捷伦科技出版物 **5968-2124CHCN**,
www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

二元梯度

检测

MSD ESI+

色谱柱

ZORBAX XDB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993700-902

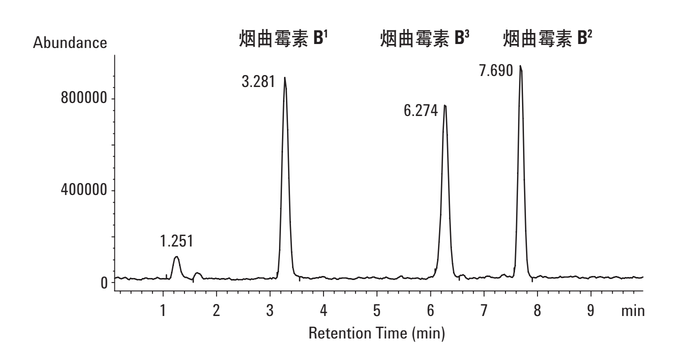


图3. 25 ng烟曲霉素同系物的色谱分离

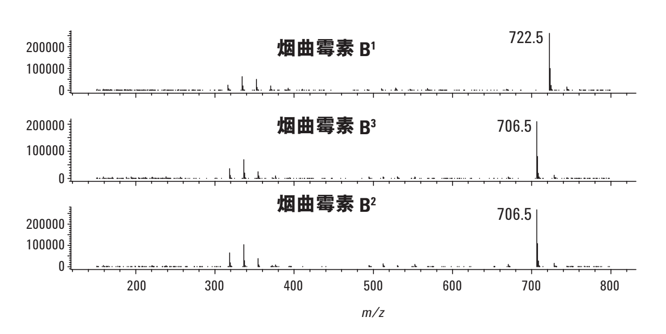


图2. 同系物的质谱图

色谱条件	
色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB, C18, 2.1 mm X 150, 5 µm
流速	A = 5 mM 醋酸铵水溶液 B = 乙腈
梯度	33% B起始， 8分钟时60% B， 9分钟时33% B
流速	250 µL/min
进样量	5 µl
柱温	40 °C
二极管阵列检测器	信号 220, 4 nm; 参比波长及带宽 550,100 nm
MS 条件	
离子源	ESI
离子模式	正离子
V_{cap}	4000 V
喷雾器	30 psig
干燥气流量	10 l/min
干燥气温度	350 °C
扫描范围	120-820 amu
步长	0.1
峰宽	0.15 分钟
时间过滤器	打开
碰撞诱导解离电压	230 V (100-680) 100 V (680-800)

控制使用的/危险的天然毒素

主要分析物

黄曲霉素

基质

各种食品

参考文献

Jürgen Wendt, etc. “Improving the MS Detection of Alfatoxins using a LC/MS System with Automated Online Solid Phase Extraction and Derivatization,” 安捷伦科技出版物 **ASM514, Poster**, www.agilent.com/chem/cn

图 4. 单溴化黄曲霉素

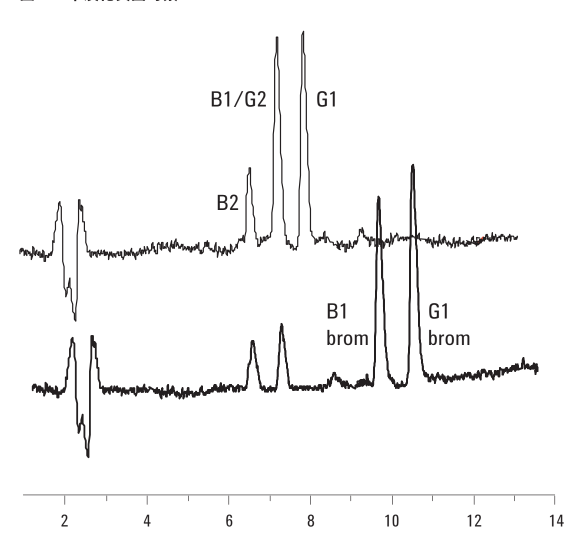


图 6. 衍生前（上）后（下）的黄曲霉素TIC

方法：

1. 样品制备和衍生

用有SPE新功能的Gerstel MPS-3自动进样器对黄曲霉素进行在线净化和衍生。连续自动执行两个用户设置的检测器程序。

净化	
MOVE	- 将样品管移至spe单元
MOVE	- 将亲和小柱移至spe单元
ADD	- 将设定体积加至小柱
WASH	- 用20 ml 水冲洗小柱
SHIFT	- 将spe单元从废液处移至样品管上
ADD	- 用甲醇洗脱样品
衍生化	
MOVE	- 将样品管移至震荡盘（搅拌盘）
ADD	- 加入衍生化溶液 (溴/CHCl3)
MIX	- 混合2分钟 (衍生)
MOVE	- 将样品管移至进样盘上
INJECT	

图3. 自动化SPE净化和衍生程序

2. LC/MS 方法

Agilent 1100 LC/MSD连接自动进样器，系统包括二元泵、柱温箱、二极管阵列检测器和LC/MSD（单级四极杆）。LC/MSD采用电喷雾正离子模式。色谱分离在Phenomenex Max RP (250*2.1 mm, 5 μm)上进行，0.3 mL/min流速，梯度洗脱（洗脱液A：0.1% 甲酸，水洗脱液B：乙腈，水）。用Agilent化学工作站(Rev.A10.03)进行全系统控制（包括自动进样器）和数据处理。

系统概况

LC系统

Agilent/Gerstel 在线SPE

检测

MSD ESI^{+}

色谱柱

Phenomenex MAX RP, 2.1 mm X 250 mm, 5 μm

色谱柱部件号

推荐 ZORBAX SB-C18, 2.1 mm X 150 mm, 3.5 μm, 830990-902

控制使用的/危险的杀虫剂/除草剂

主要分析物

44 种杀虫剂

基质

蔬菜、水果

参考文献

Masahiko Takino and Toshitsugu Tanaka, “用LC/MS/MS测定食物中的44种杀虫剂含量” 安捷伦科技出版物 **5989-5459CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

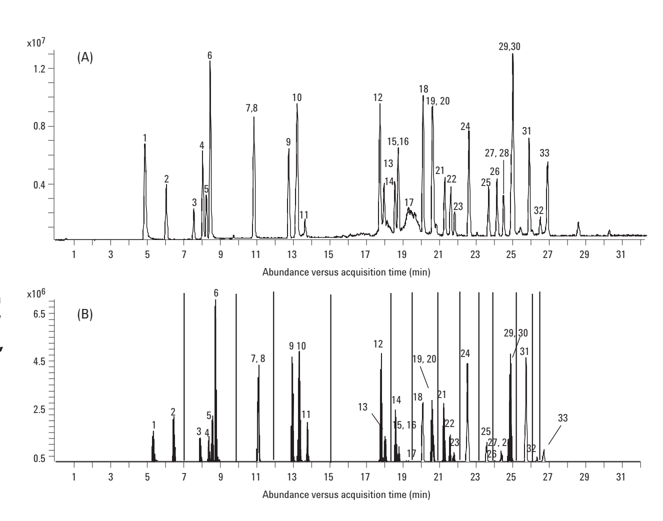


图1. 1 µg/mL 33种杀虫剂标准品的全扫描模式（A）和产物离子扫描模式（B）TIC

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MSMS QQQ ESI⁺

色谱柱

Extend-C18, 2.1 mm X 100 mm, 1.8 um

色谱柱部件号

728700-902

LC 条件	
仪器	Agilent 1100 HPLC
色谱柱	ZORBAX Extend C18, 100 mm X 2.1 mm, 1.8 µm (部件号 728700-902)
柱温	40 °C
流动相	A = 0.1% 甲酸 + 5 mM甲酸铵水溶液 B = 乙腈
梯度:	0分钟 10% B， 30分钟80% B
流速	0.2 mL/min
进样量	5 µL
MS 条件	
仪器	Agilent 6410 QQQ
离子源	ESI^+
干燥气流量	10 L/min
雾化器	50 psig
干燥气温度	350 °C
V_{cap}	4000 V
扫描	*m/z* 100到550
裂解器	电压 100 V
多反应监测离子	见表1和表2
碰撞能量	见表1和表2

控制使用的/危险的杀虫剂/除草剂

主要分析物

酸性除草剂

基质

水

参考文献

Michael Woodman, “高分离度快速液相色谱和在线痕量富集方法用于除草剂的快速分析” 安捷伦科技出版物 **5989-5176CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

自动SPE/1200SL带双二元泵和6通阀

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C18, 5, 3.5, 和 1.8 µm

色谱柱部件号

见应用报告

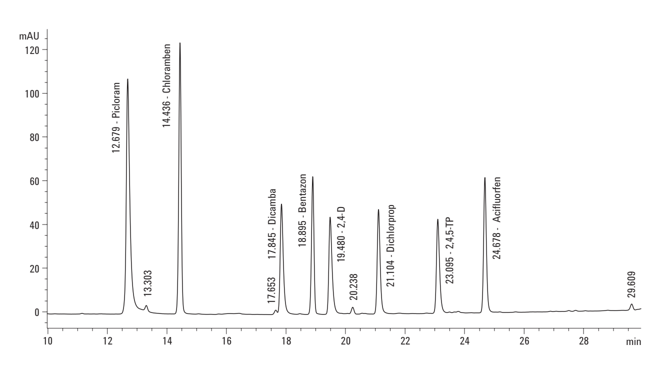
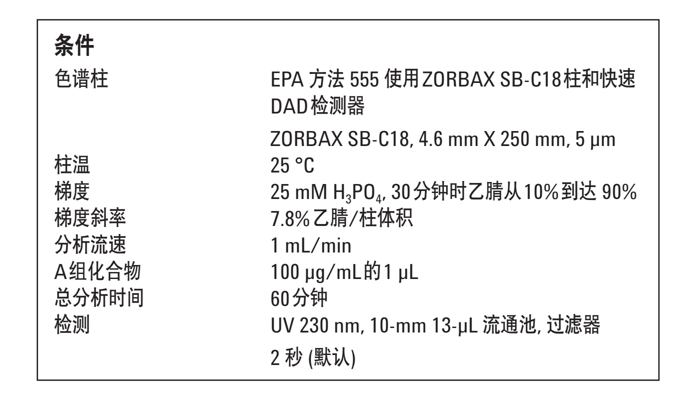


图2. 用4.6 mm × 250 mm, 5-µm ZORBAX SB-C1柱梯度分离除草剂



条件

色谱柱	EPA 方法 555 使用ZORBAX SB-C18柱和快速DAD检测器
	ZORBAX SB-C18, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm
柱温	25 °C
梯度	25 mM H_3PO_4, 30分钟时乙腈从10%到达 90%
梯度斜率	7.8%乙腈/柱体积
分析流速	1 mL/min
A组化合物	100 µg/mL的1 µL
总分析时间	60分钟
检测	UV 230 nm, 10-mm 13-µL 流通池, 过滤器 2 秒 (默认)

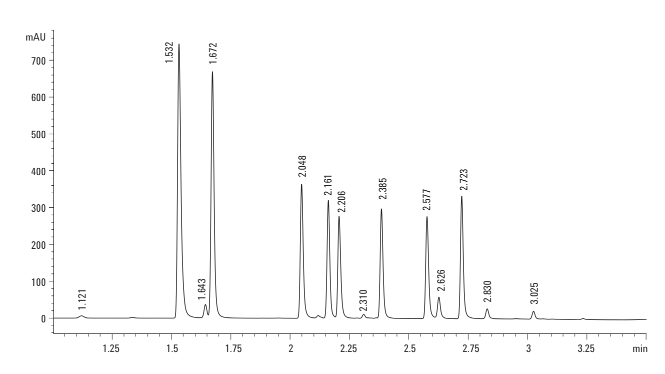


图5. 用2.1 × 80 mm, 1.8 µm ZORBAX SB-C18柱高速梯度分离除草剂

条件

EPA方法555 使用ZORBAX SB-C18柱和快速DAD检测器

ZORBAX SB-C18, 2.1 mm X 80 mm, 3.5 µm

柱温	50 °C
梯度	25-mM H_3PO_4/乙腈, 2.7分钟内，乙腈从10% 到 90% 7.8% 乙腈/柱体积
分析流速	0.72 mL/min
检测	UV 230 nm, 3-mm 2-µL 流通池, 过滤器 0.2秒
放置长时间的样品	1 µL 100 µg/mL
总分析时间	6 分钟

待续

实验条件

系统

Agilent 1200 SL系列高分离度快速液相色谱系统包括：
G1379B微量脱气机
G1312B SL型二元泵
G1312A二元泵，包括溶剂选择阀，或
G1354A 四元泵
G1367C HiP自动进样器SL型, 和
G2258A 双定量管制备自动进样器 5 mL
G1316B SL型柱温箱包括 6或10口
2位切换阀
G1315C UV/Vis 二极管阵列检测器(DAD) SL型, 流通池见各色谱图
化学工作站 32位 B.02.01版

色谱柱

Agilent ZORBAX SB-C18, 4.6 X 250 mm, 5 µm

Agilent ZORBAX SB-C18, 3.0 X 150 mm, 3.5 µm

Agilent ZORBAX SB-C18, 2.1 X 80 mm, 1.8 µm

Agilent ZORBAX SB-Aq, 4.6 X 12.5 mm, 5 µm

流动相条件

有机溶剂	乙腈
水相溶剂	25 mM磷酸，溶于Milli-Q水

梯度条件

梯度斜率	每个柱体积7.8或2.3%，如图所示。流速和时间见各色谱图。

样品

EPA 555 A组 氯代苯氧酸除草剂(毒莠定、草灭平、麦草畏、苯达松、2, 4-滴丙酸和2,4,5-TP, 三氟羧草醚), 100 µg/mL溶于甲醇，或用25 mm磷酸酸化的水稀释成20 ng/L (20 ppb)。

控制使用的/危险的杀虫剂/除草剂

主要分析物

采后杀菌剂

基质

柑橘

参考文献

E. Michael Thurman, Imma Ferrer, Michael Woodman, and Jerry Zweigenbaum, "用液相色谱/飞行时间质谱和液相色谱/离子阱质谱分析柑橘和橙汁中采后杀菌剂及其代谢物" 安捷伦科技出版物 **5989-2728CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

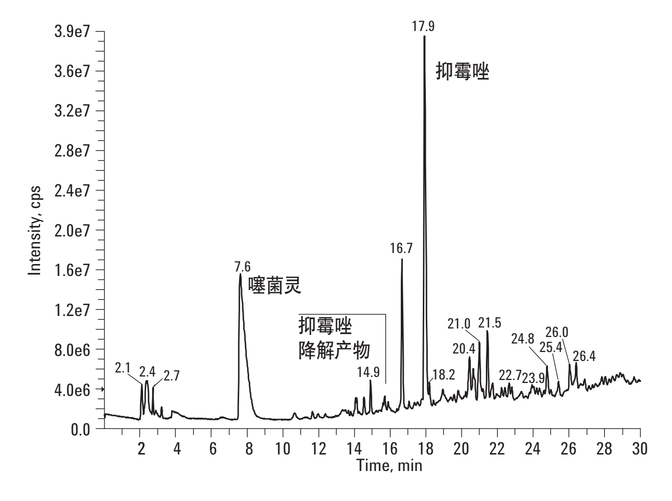


图2. 橘子皮的LC/MSD TOF总离子色谱图(TIC)，注意色谱图中2个大峰是抑霉唑和噻菌灵。

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

MS TOF, MSn离子阱, 均采用ESI⁺

色谱柱

ZORBAX XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993967-906

LC/TOF MS方法

LC泵	Agilent 1100二元泵, 进样量 50 µL 使用 Agilent 1100 ALS 标准自动进样器
色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm, 产品号993967-906
流动相	A = 乙腈和B = 0.1%甲酸水溶液
梯度	5 分钟 10% A等度, 30分钟线性梯度至100% A，流速0.6 mL/min
仪器	Agilent LC/MSD TOF飞行时间质谱，带双电喷雾离子源，ESI+，毛细管 4000 V
雾化器	40 psig
干燥气	9 L/min, 300 °C
碰撞诱导解离电压	190 V, 锥孔 60 V, Oct DC1 37.5 V, OCT RF V 250 V
参考质量	*m/z* 121.0509 和 922.0098
分辨率	9500±500 at *m/z* 922.0098
质量范围	50–1000 *m/z*
流速	参考 A 雾化器 2 在运行期间保持恒流

主要分析物

烟酰氯类杀虫剂

基质

蔬菜、水果

参考文献

Imma Ferrer, E. Michael Thurman, Agilent Contact: Jerry Zweigenbaum, “液相色谱/飞行时间质谱和液相色谱/离子阱质谱测定色拉蔬菜中的烟酰氯类杀虫剂” 安捷伦科技出版物 **5989-1842CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

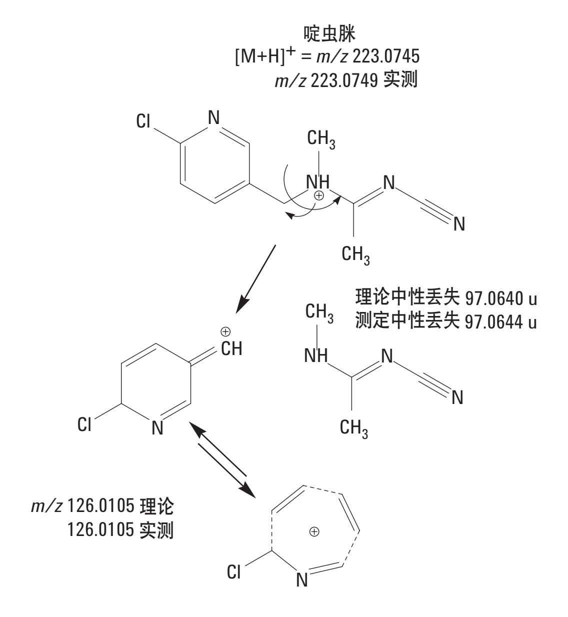


图5a. 啶虫脒的结构和用LC/MSD离子阱和LC/MS TOF测定的裂解途径。用LC/MSD TOF只看见一个裂解离子 *m/z* 126离子

系统概况

LC系统

二元梯度

检测

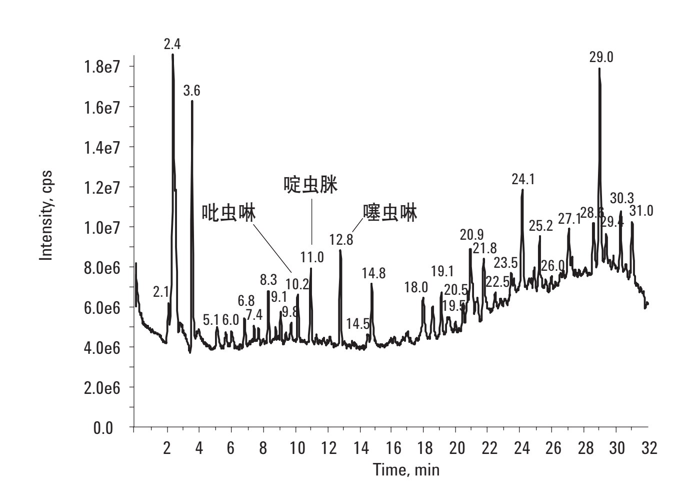
MS TOF, MSn离子阱，均采用ESI+

色谱柱

ZORBAX Eclipse XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993967-906



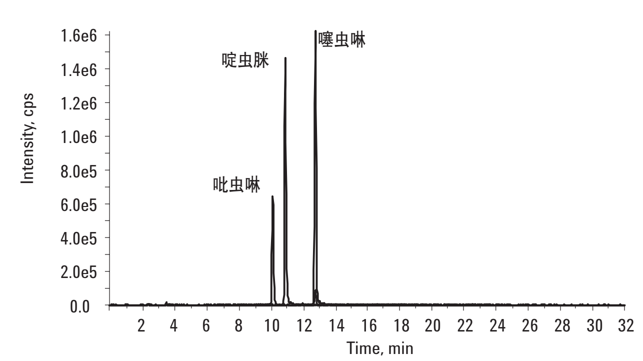


图3. 强化番茄基质中0.5 mg/kg三种烟酰氯类杀虫剂的LC/MSD TOF 分析，总离子流图和提取离子流图分别见上图和下图

Agilent LC/MSD TOF

LC泵	Agilent 1100 二元泵
自动进样器	Agilent 1100 标准自动进样器
进样量	50 µL
色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB C-8 4.6 mm X 150 mm X 5 µm 部件号 993967-906
流动相	A: 乙腈 B: 0.1% 甲酸水溶液
梯度	30分钟内 15% 到100% A （以流速 0.6 mL/min）

控制使用的/危险的杀虫剂/除草剂

主要分析物

苯基脲类, 三嗪除草剂

基质

水

参考文献

Neil Cullum and Pete Stone, "采用LC/MS 大气压电喷雾离子源（API-ESI）选择离子和液体样品直接大体积进样技术检测饮用水和地下水中的苯基脲类和三嗪类除草剂" 安捷伦科技出版物 **5989-0813EN** www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC系统

双二元泵 带6通阀，用于自动SPE

检测

MSD APCI±

色谱柱

ZORBAX Eclipse XDB-C8, 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

971700-906

通过柱箱10通阀和多孔板6通自动进样器阀的流路见图1。

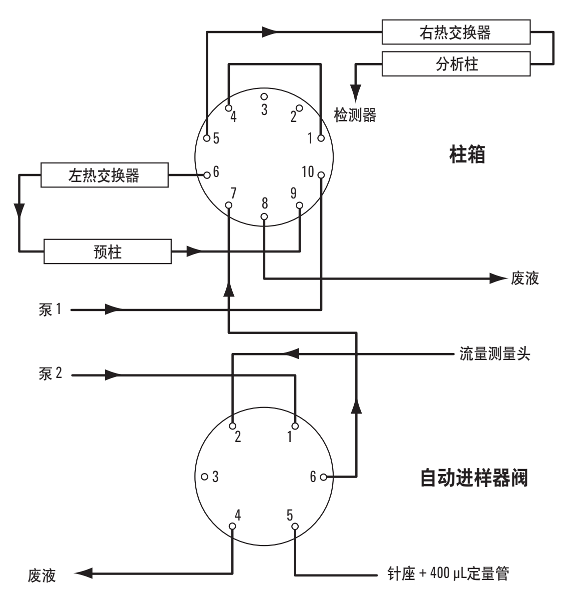


图1. 流路示意图

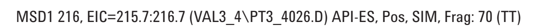
HPLC 条件

色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB-C8 50 mm X 2.1 mm, 3.5 µm @ 40 °C 流速 0.5 mL/min			
预柱	ZORBAX SB C18 快速分离色谱柱 30 mm X 2.1 mm, 3.5 µm @ 20 °C			
进样量	500 µL			
流动相	A = 含0.001%甲酸的水溶液 B = 甲醇			
泵程序	**泵 1 (分析柱)**			
	时间 (min)	**流动相** A	**流动相** B	**流速 (mL/min)**
	起始	90	10	0.5
	4.5	90	0	0.5
	17.5	30	70	0.5
	17.6	90	10	0.5
	22.0	90	10	0.5
	泵 2 (预柱)			
	时间 (min)	**流动相** A	**流动相** B	**流速 (mL/min)**
	起始	90	10	0.5
	5.0	90	10	0.5
	5.1	90	10	0.1
	18.0	90	10	0.1
	18.1	90	10	0.5
柱切换阀	**时间 (min)**	**阀位**	**温度（左）(°C)**	**温度（右）(°C)**
	起始	1	20.0	40.0
	3.0	2	20.0	40.0
	20.0	1	20.0	40.0

待续

结果

图2、3和4分别显示了添加了浓度为0.1 μg/L莠去津、异丙隆和敌草隆自来水的提取离子流图。图5还显示了添加了0.01 μg/L (柱上5 pg) 扑草净和去草净自来水的提取离子流图。



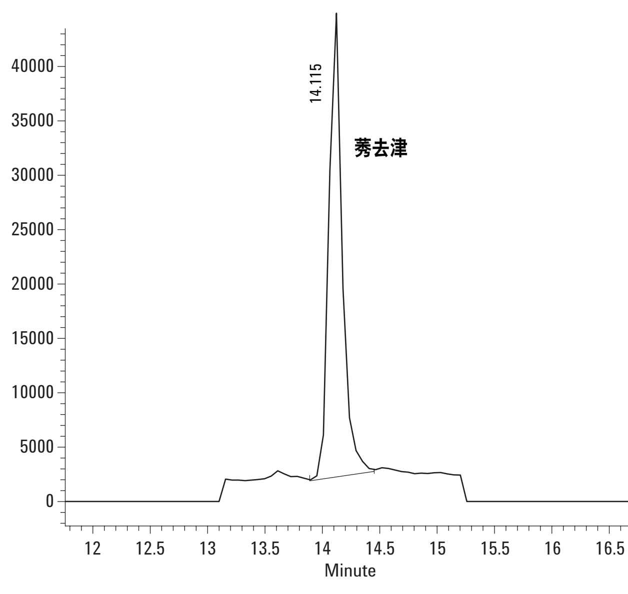


图2.　添加0.1 μg/L 莠去津的自来水

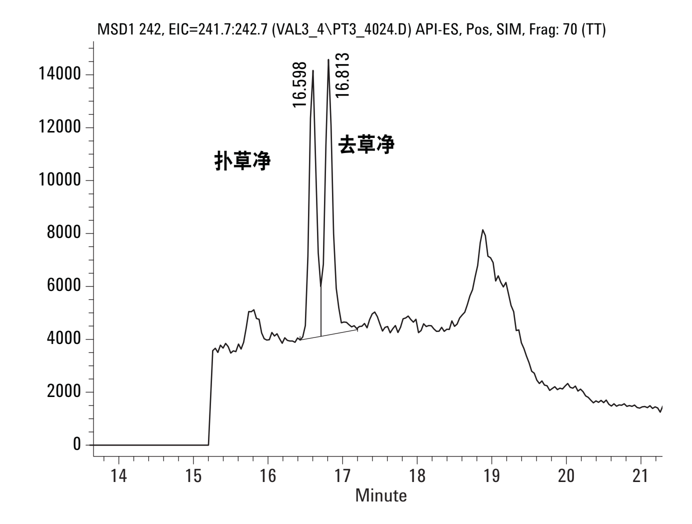


图3.　添加0.01 μg/L扑草净和去草净的自来水

用11批样品对方法进行确证。标准制备成三个浓度水平：0.01、0.10和0.40 μg/L。深井水加入2个浓度水平：0.01 和 0.10 μg/L。可饮用的自来水（来自地表水) 加入2个浓度水平：0.01 和 0.10 μg/L。每批所有样品均以随机顺序分析两次。

表3　方法性能数据

	井水		自来水		
化合物	%回收率	%RSD	%回收率	%RSD	LOD (μg/L)
苯嗪草酮	101.0	4.9	101.5	3.8	0.0039
氯草敏	99.4	6.7	98.4	4.1	0.0055
灭草隆	102.1	4.7	98.4	4.9	0.0038
长杀草	100.6	6.4	96.4	6.2	0.0054
西玛津	101.7	5.1	98.2	4.0	0.0049
氰草津	99.5	4.2	99.3	5.3	0.0073
绿麦隆	99.2	5.3	99.3	5.3	0.0044
莠去津	99.1	3.4	97.0	3.3	0.0020
敌草隆	100.8	4.6	97.7	3.8	0.0042
异丙隆	100.8	4.3	98.5	4.9	0.0037
利谷隆	102.5	5.1	99.9	3.1	0.0075
扑灭津	101.4	5.0	100.5	4.3	0.0035
特丁津	100.5	6.3	99.5	3.8	0.0038
草达津	102.5	5.4	100.5	4.3	0.0043
扑草净	102.0	4.8	101.1	4.5	0.0045
去草净	102.3	6.0	100.8	4.0	0.0054

脂溶性维生素

主要分析物

视黄醇异构体

基质

标准

参考文献

Robert Ricker, "Separation of Retinol (Vitamin A) Isomers: Comparison of Mobile-Phase Composition,"
安捷伦科技出版物 **5988-6361EN**,
www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

等度

检测

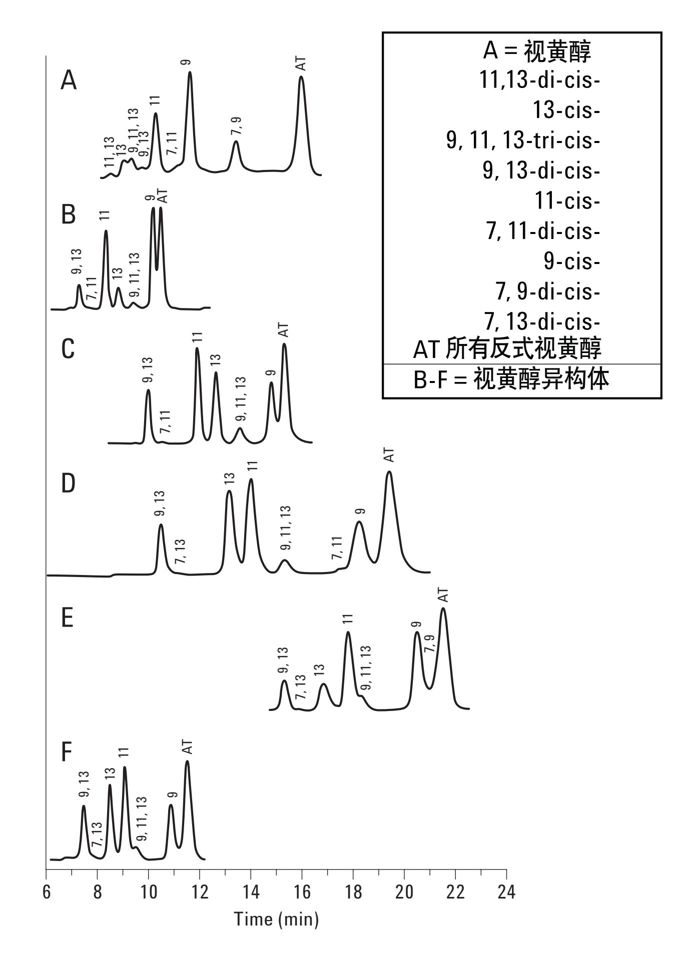
DAD

色谱柱

ZORBAX Sil, 4.6 mm X 250 mm, 5 µm

色谱柱部件号

880952-701



承蒙 G. Nöll Physiologisches Inst.许可 – Justus Liebig Uni. Giessen

条件

色谱柱	ZORBAX Sil, 4.6 mm X 250 mm 安捷伦部件号 880952-701
流动相	二氧六环, (甲基叔丁基醚), 正己烷
进样量	20 µL, 25 °C

脂溶性维生素

主要分析物

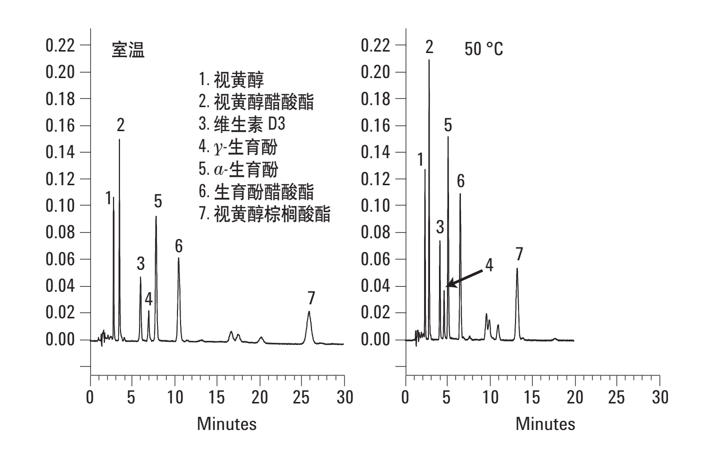
脂溶性维生素

基质

标准

参考文献

Robert Ricker and Thomas Schellenberger, "Fat-Soluble Vitamins on ZORBAX XDB-C8," 安捷伦科技出版物 **5988-6359EN**, www.agilent.com/chem/cn



系统概况

LC 系统

等度

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm

色谱柱部件号

993967-906

条件

色谱柱	ZORBAX XDB-C8, 150 mm X 4.6 mm, 5 µm (安捷伦部件号 993967-906)
流动相	A: 水5%, B: 甲醇95%
流速	1 mL/min
柱温	50 °C
检测器	DAD, 检测波长 280 nm

脂溶性维生素

主要分析物

维生素 D3

基质

家禽饲料

参考文献

Linda L. Lopez and Paul C. Goodley, "快速检测家禽饲料中的维生素D3" 安捷伦科技出版物 **5968-9408CHCN**, www.agilent.com/chem/cn

系统概况

LC 系统

二元梯度

检测

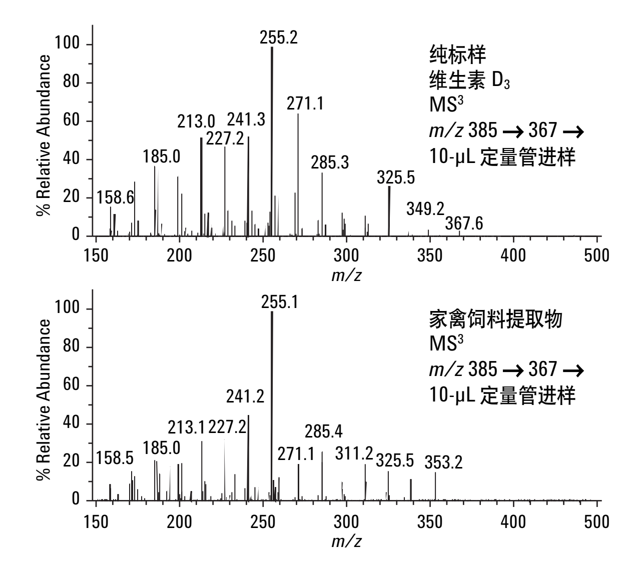
MSn离子阱 APCI+

色谱柱

流动注射 – 无柱

色谱柱部件号

NA



将纯标准维生素 D_3 和富集的家禽饲料提取物产生的图谱进行比较

条件	
流动相	0.05%醋酸 : 甲醇 (50:50)
流速	0.6 mL/min
进样量	10 µL
检测器	MSD 离子阱 电离 APCI (正离子) 喷雾器压力 40 psi 干燥气 10 L/min, 350 °C 锥孔电压 1 15.0 V 毛细管出口补偿 60.0 V 平均 2 ICC 打开 最长累加时间 200 ms 目标 50000
确证	MS图谱信息和RT

脂溶性维生素

主要分析物

脂溶性维生素 A, D, E

基质

标准

参考文献

Udo Huber, “Analysis of Fat-Soluble Vitamins by HPLC,”
安捷伦科技出版物 **5968-2970E**, www.agilent.com/chem/cn

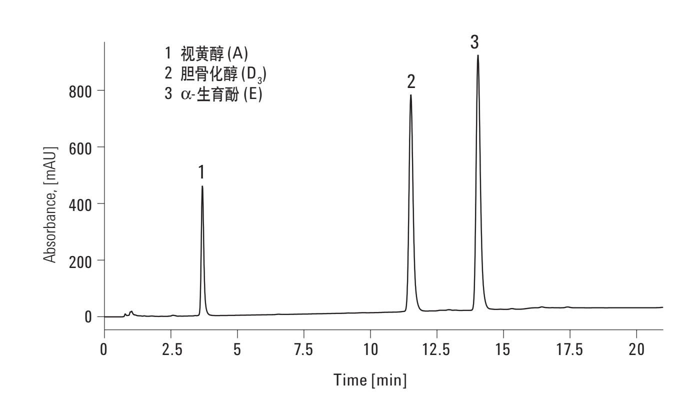


图1.　三种脂溶性维生素的分析

系统概况

LC 系统

四元梯度

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm

色谱柱部件号

7995118-344

条件	
色谱柱	ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm
流动相	A = 水， B = 甲醇
流速	1.0 ml/min
梯度	0 分钟时 90% B， 15 分钟时 100 % B， 20 分钟100% B
冲洗色谱柱	21 分钟时用 90%B
UV 检测器	可变波长检测器 210 nm, 标准流通池
柱温箱	20 °C

HPLC 性能

化合物	LOD for S/N = 2 (mg/L)*	RT精密度 (10次分析的RSD) (1000 mg/L)*	峰面积精密度 (10次分析的RSD) (1000 mg/L)*
视黄醇	4.0	0.10	0.14
胆骨化醇	2.5	0.04	0.16
生育酚	2.0	0.04	0.20

* 进样量：5 µL

水溶性维生素

主要分析物

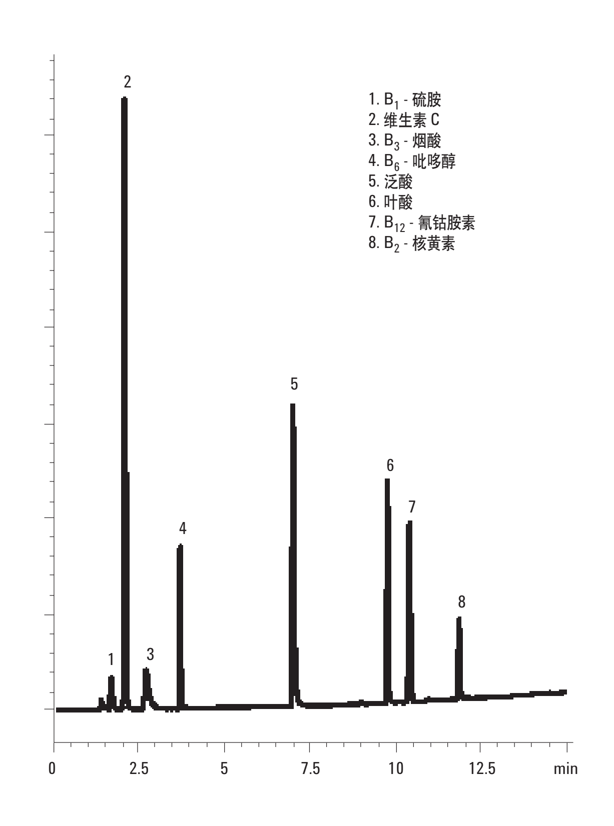
水溶性维生素

基质

标准

参考文献

Robert Ricker, “Separation of water-soluble vitamins using reversed phase chromatography,” 安捷伦科技出版物 **5988-6365EN**, www.agilent.com/chem



系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

ZORBAX SB-C8, 150 mm X 4.6 mm, 5 µm

色谱柱部件号

883975-906

条件

色谱柱	ZORBAX SB-C8, 150 mm X 4.6 mm, (安捷伦部件号 883975-906)
流动相	A: 50 mM 磷酸钠:甲醇(90 : 10) B: 50 mM 磷酸钠:甲醇(10 : 90)
梯度	0分钟 0% B， 18分钟 70% B
流速	1 mL/min
柱温	室温
进样量	10 µL
检测器	DAD, 检测波长 245 nm

水溶性维生素

主要分析物

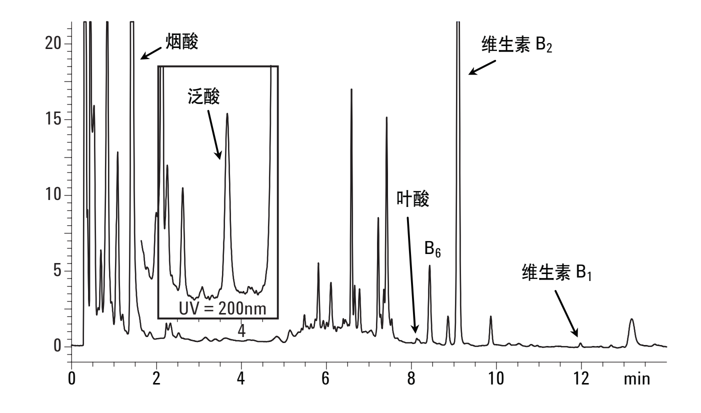
水溶性维生素

基质

猫粮

参考文献

Robert Ricker and Thomas Schellenberger, “Rapid analysis of water-soluble vitamins with extraction from cat food,” 安捷伦科技出版物 **5988-5761EN**, www.agilent.com/chem/cn



系统概况

LC 系统

四元或二元梯度组件

检测

DAD

色谱柱

见右侧介绍

条件

色谱柱	ZORBAX SB-C18, 75 mm X 4.6 mm, 3.5 µm (安捷伦部件号 866953-902)
流动相	A: 1-L 水, 2.5 g 己烷磺酸钠 、2.5-mL醋酸, 4 g NaH_2PO_4、50 µL 三乙胺 B: 600 mL水、2.5 g 己烷磺酸、2.5 mL 醋酸、50 L 三乙胺、400-mL 乙腈
梯度	0分钟 0% B， 3.6分钟 0% B， 6分钟20% B、 13.5分钟55% B、 14.4分钟90% B、 16.5分钟 90% B、 16.8 分钟0% B、 20分钟 0% B
流速	1.9 mL/min
柱温	室温
进样量	20 µL
检测器	DAD, 检测波长 275 nm

系统配置

主要分析物	LC溶剂输送系统*	检测**	注释	出版号	页码
应用领域 – 碳水化合物、糖、糖醇					
碳水化合物	等度G1310A	示差折光检测器		5988-6351EN	5
糖醇	等度G1310A	MSD APCI$^-$		5988-4236EN	6
右旋糖酐	等度G1310A	示差折光检测器		5988-0118EN	7
淀粉	等度G1310A	示差折光检测器		5988-0117EN	8
碳水化合物	等度G1310A	示差折光检测器		5966-0637EN	9
应用领域 – 染料、着色剂、色素					
苏丹染料	二元梯度 G1312A 或G1312B	MS TOF ESI$^+$		5989-4736EN	10
FDC食品染料，防腐剂	四元梯度G1354A	DAD		5988-6355EN	11
花青素	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD ESI$^+$ APCI		5968-2979E	12
应用领域 – 脂肪和油脂					
磷脂	制备/35900E	ELSD (ESA)，某些用MSD		5989-2848EN	14
甘油酸三酯	等度G1310A	MSD APCI$^+$		5988-4235EN	15
甘油酸三酯	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD APCI$^+$		5968-0878E	16
甘油酸三酯及其过氧化物	四元梯度G1354A	DAD 3通道		5966-0744E	17
应用领域 – 香料、甜味剂、有机酸					
香料、甜味剂、防腐剂	1200SL	DAD		5989-5178EN	18
有机酸	四元梯度G1354A	DAD		5989-1265EN	19
调味剂	二元梯度 G1312A或G1312B	DAD		5988-6353EN	20
半挥发性香料	等度G1310A	DAD		5988-6352EN	21
天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯、表面活性剂	等度G1310A	DAD		5988-6349EN	22
应用领域 – 药草补剂、天然产物、植物激素					
黄嘌呤代谢物	等度G1310A	DAD		5989-5237EN	23
甘草甜素	1200SL	DAD		5989-4907EN	24
黄嘌呤	1200SL	DAD 2-μL流通池		5989-4857EN	25
人参皂甙第1部分	1200SL	MS TOF ESI$^+$		5989-4506EN	26
花青素	制备	DAD		5989-0591EN	27
花青素	四元或二元梯度组件	DAD		5988-6362EN	28
类黄酮、儿茶酚	四元或二元梯度组件	DAD		5988-6357EN	29
应用领域 – 防腐剂					
香料、甜味剂、防腐剂	1200SL	DAD		5989-5178EN	30
防腐剂、苯氧乙醇	四元或二元梯度组件	DAD		5989-3635EN	31

系统配置 (续)

应用 – 蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
蛋白质	四元或二元梯度组件	DAD	比较了各种键和相	5988-6358EN	32
蛋白质	四元或二元梯度组件	DAD	柱温对分离质量和选择性的影响	5988-6348EN	33
BSA (牛血清白蛋白) 裂解液、多肽	二元梯度 G1312A 或 G1312B	[DAD]	快速	5988-6081EN	34
AAA 氨基酸	四元或二元梯度组件	[FLD/OPA-FMOC]	柱前衍生	5980-1193EN	35

应用领域 – 控制使用的/危险的药物

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
药物	1200SL	MSMS QQQ ESI$^{\pm}$	脱机SPE	5989-5319EN	36
硝基呋喃	二元梯度 G1312A或G1312B	MSn离子阱 XCT ESI^{+}		5989-0738EN	37
氟喹诺酮	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD ESI^{+}		5989-0596EN	38
氯霉素	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD和MSn 离子阱ESI^{-}		5988-9920EN	39
磺胺药物	四元或二元梯度组件	DAD		5988-7135EN	40
磺胺药物	CapLC	DAD MSD ESI^{+}		5980-2499EN	41

应用领域 – 控制使用的/危险的其它物质

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
HMF羟甲基呋喃	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD APCI^{+}		5989-5403EN	42
丙烯酰胺	双6通阀，用于自动SPE	MS TOF ESI^{+}		5988-2884EN	43
铬形态	Metrohm 818泵 Agilent 7500 ISIS 进样器	IC-ICPMS	柱子通常与ICP-MS捆绑销售，了解详情请与销售代表联系	5989-2841EN	44
高氯酸盐	Metrohm IC	MSD ESI^{-}		5989-0816EN	45
三甲胺基砷	等度G1310A	ICP-MS		5988-9893EN	46

应用领域 – 控制使用的/危险的天然毒素

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
DSP 海藻毒素	四元梯度G1354A	MSD ESI$^{\pm}$		5989-2912EN	47
毒枝菌素、烟曲霉素	二元梯度 G1312A或G1312B	MSD ESI^{+}		5968-2124E	49
黄曲霉素	Agilent/Gerstel 在线SPE	MSD ESI^{+}	分离前B1溴化并对G1进行分离	ASM514	50

系统配置 (续)

应用领域 – 控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
44种杀虫剂	二元梯度 G1312A和G1312B	MSMS QQQ ESI+	SPE净化	5989-5459EN	51
酸性除草剂	自动SPE/1200SL 带双二元泵和6通阀	DAD		5989-5176EN	52
采后杀菌剂	二元梯度 G1312A或G1312B	MS TOF, MSn离子阱 均采用ESI+	QuECHERS 样品制备	5989-2728EN	54
氯化烟碱类杀虫剂	二元梯度 G1312A或G1312B	MS TOF, MSn离子阱 均采用ESI+		5989-1842EN	55
苯基脲类、三氮苯类 除草剂	两个双位6通阀 用于自动SPE	MSD APCI±		5989-0813EN	56

应用领域 – 脂溶性维生素

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
视黄醇异构体	等度G1310A	DAD		5988-6361EN	58
脂溶性维生素	等度G1310A	DAD		5988-6359EN	59
维生素D3	二元梯度 G1312A或G1312B	MSn 离子阱 APCI+		5968-9408E	60
脂溶性维生素A, D, E	四元梯度G1354A	DAD		5968-2970E	61

应用领域 – 水溶性维生素

主要分析物	LC溶剂输送系统	检测	注释	出版号	页码
水溶性维生素	四元或二元梯度组件	DAD		5988-6365EN	62
水溶性维生素	四元或二元梯度组件	DAD	Titriplex-V热提取	5988-5761EN	63

* 进样器，包括温度调节组件的选择，应当考虑经费预算和用户需求。可征询安捷伦代理商或销售代表的建议。

标明等度处，可选择等度、二元或四元泵组件。二元和四元梯度组件具有更大的灵活性。等度泵可以升级为四元梯度泵。

标明二元梯度处，当使用1 mL/min 或更高流速，通用的3和4.6-mm id柱子时，通常可以用四元梯度替代。对于梯度曲线更陡的更快梯度，如高通量环境分析，二元梯度组件更为适合。

** 对于标明DAD处，请仔细阅读原应用报告，确定是否需要光谱信息或多波长监测。如果没有这方面的需要，可以用多波长或可变波长检测器代替。对于2.1-mm应用，特别是对于1.8-μm粒径柱子，要考虑使用更小体积的流通池，以最大限度地减少柱外扩散。

对于MS检测器需要用户确定纳流或毛细管LC的离子源 (即，APCI、ESI、多模式ESI/APCI、AP-MALDI、APPI/APCI、双喷雾ESI [TOF]、ChipCube ESI，以及其它离子源)。

不是所有的MS检测器组件都可以进行正/负极性切换。请仔细阅读原应用报告，考虑将来的需求确定是否需要这项功能。

食品快速参考指南

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
碳水化合物、糖、糖醇						
5	碳水化合物		等度	示差折光检测器	ACN/水	5988-6351EN
6	糖醇	饮料	等度	MSD APCI$^-$	ACN/水	5988-4236EN
7	右旋糖苷		等度	示差折光检测器	水	5988-0118EN
8	淀粉		等度	示差折光检测器	0.1M $NaNO_3$	5988-0117EN
9	碳水化合物	柠檬水	等度	示差折光检测器	水 H_2SO_4	5966-0637EN
染料、着色剂、色素						
10	苏丹染料	食品	二元梯度	MS TOF ESI$^+$	ACN/水 醋酸铵	5989-4736EN
11	FDC食品染料 防腐剂	标样	四元梯度	DAD	MeOH/水 TFA/TEA	5988-6355EN
12	花青素	圆白菜	二元梯度	MSD ESI$^+$ APCI	ACN/水 甲酸	5968-2979E
脂肪和油脂						
14	磷脂	大豆	制备/35900E	ELSD (ESA), 有些用MSD	甲醇 IPA, 己烷, 醋酸铵, 水	5989-2848EN
15	甘油酸三酯		等度	MSD APCI$^+$	丙酮/水	5988-4235EN
16	甘油酸三酯	食用油	二元梯度	MSD APCI$^+$	IPA, n-丁醇 水	5968-0878E
17	甘油酸三酯 及其过氧化物	食用油	四元梯度	DAD 3通道	ACN/MTBE/ 水	5966-0744EN
香料、甜味剂、有机酸						
18	香料，甜味剂 防腐剂	软饮料	1200SL	DAD	ACN/水 Amm. HPO_4 甲酸	5989-5178EN
19	有机酸	食品	四元梯度	DAD	ACN/水 20 mM磷酸盐	5989-1265EN
20	调味剂	漱口水	二元梯度	DAD	ACN/水TFA	5988-6353EN
21	半挥发性香料		等度	DAD	MeOH/水	5988-6352EN
22	天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯	可乐类饮料	等度	DAD	ACN/水TFA	5988-6349EN
药草补剂、天然产物、植物激素						
23	黄嘌呤代谢物		等度	DAD	ACN/水 25 mM磷酸	5989-5237EN
24	甘草甜素	甘草	1200SL	DAD	ACN/水醋酸	5989-4907EN
25	黄嘌呤	茶，巧克力	1200SL	DAD 2-μL池	ACN/水甲酸	5989-4857EN
26	人参皂甙第1部分	人参	1200SL	MS TOF ESI$^+$	ACN/水TFA	5989-4506EN
27	花青素	蓝莓	制备	DAD	MeOH/水TFA	5989-0591EN
28	花青素		梯度	DAD	MeOH/水 磷酸	5988-6362EN
29	类黄酮、儿茶酸		梯度	DAD	MeOH/水TFA	5988-6357EN

食品快速参考指南（续）

防腐剂

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
30	香料甜味剂 防腐剂	软饮料	1200SL	DAD	ACN/水 $AmmHPO_4$	5989-5178EN
31	防腐剂，苯氧乙醇		梯度	DAD	MeOH/水	5989-3635EN

蛋白质、多肽、氨基酸

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
32	蛋白质	小麦	梯度	DAD	ACN/水TFA	5988-6358EN
33	蛋白质	小麦	梯度	DAD	ACN/水TFA	5988-6348EN
34	BSA (牛血清白蛋白) 裂解物，多肽		二元梯度	DAD	ACN/水TFA	5988-6081EN
35	AAA氨基酸		梯度	FLD/OPA-FMOC	ACN,MeOH, 水, Na_2HPO_4, NaOH	5980-1193EN

控制使用的/危险的药物

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
36	药物	水	1200SL	MSMS QQQ $ESI^{\pm}$	ACN/水 甲酸铵	5989-5319EN
37	硝基呋喃类	家禽，虾	二元梯度	MSn Trap XCT ESI^{+}	ACN/水 醋酸	5989-0738EN
38	氟喹诺酮	牛肾	二元梯度	MSD ESI^{+}	ACN/水 甲酸	5989-0596EN
39	氯霉素	虾, 蜂蜜	二元梯度	MSD和MSn 离子阱ESI^{-}	MeOH/ACN/水 醋酸铵	5988-9920EN
40	磺胺药物	肉	梯度	DAD	ACN/水 H_3PO_4	5988-7135EN
41	磺胺		CapLC	DAD MSD ESI^{+}	ACN/水 甲酸	5980-2499EN

控制使用的/危险的其它物质

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
42	HMF 羟甲基呋喃	面包，谷类食品 酸奶	二元梯度 G1312A或 G1312B	MSD $APCI^{+}$	水醋酸 甲酸	5989-5403EN
43	丙烯酰胺	饮用水	二元泵带6通 阀，用于自动SPE	MS TOF ESI^{+}	ACN/水 甲酸	5988-2884EN
44	铬形态	Metrohm	Metrohm 818泵, Agilent 7500 ISIS 进样器	IC-ICPMS NaOH	水Na_2EDTA	5989-2481EN
45	高氯酸盐	水，蔬菜	Metrohm IC	MSD ESI^{-}	MeOH/水 30 mm NaOH	5989-0816EN
46	三甲胺基砷	鱼类	等度G1310A	ICP-MS	$AmmHCO_3$ 酒石酸，甲醇	5988-9893EN

控制使用的/危险的天然毒素

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
47	DSP 海藻毒素	贝类	四元梯度	MSD $ESI^{\pm}$	MeOH/水 甲酸	5989-2912EN
49	毒枝菌素，烟曲霉素	谷物	二元梯度	MSD ESI^{+}	ACN/水 醋酸铵	5968-2124E
50	黄曲霉素	各种食品	Agilent/Gerstel 在线SPE	MSD ESI^{+}	ACN/水 甲酸	00060329.pdf

食品快速参考指南（续）

控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
51	44种杀虫剂	蔬菜，水果	二元梯度	MSMS QQQ ESI+	ACN/水 amm.甲酸	5989-5459EN
52	酸性除草剂	水	自动SPE/1200SL 带双二元泵6通阀	DAD	ACN/水 H_3PO_4	5989-5176EN
54	采后杀菌剂	柑橘	二元梯度	MS TOF, MSn离子阱 ESI+	ACN/水 甲酸	5989-2728EN
55	氯化烟碱类杀虫剂	蔬菜，水果	二元梯度	MS TOF, MSn 离子阱，ESI+	ACN/水 甲酸	5989-1842EN
56	苯基脲类、三氮苯类 除草剂	水	双二元泵 6通阀用于自动SPE	MSD APCI±	MeOH/水 甲酸	5989-0813EN

脂溶性维生素

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
58	视黄醇异构体		等度	DAD	二氧六环 (MTBE), 己烷	5988-6361EN
59	脂溶性维生素		等度	DAD	MeOH/水	5988-6359EN
60	维生素D3	家禽饲料	二元梯度	MSn离子阱 APCI+	MeOH/水 醋酸	5968-9408E
61	脂溶性维生素A、D、E		四元梯度	DAD	MeOH/水	5968-2970E

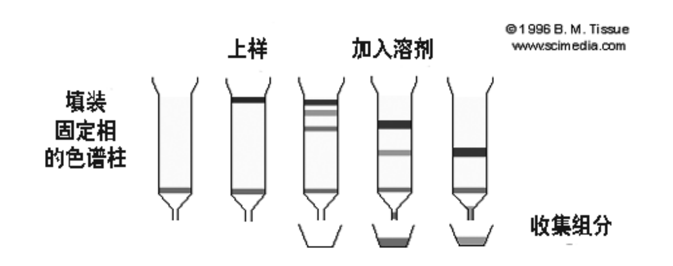
水溶性维生素

页码	主要分析物	基质	LC系统	检测	流动相	参考文献
62	水溶性维生素		梯度	DAD	MeOH/水 磷酸盐	5988-6365EN
63	水溶性维生素	猫粮	梯度	DAD	ACN/水, 醋酸，磷酸盐 TEA，己烷磺酸盐	5988-5761EN

液相色谱的基本原理

1903年俄国科学家Mikhail Tswett (1872-1919)首次使用经典液相色谱（LC）分离植物色素。Tswett在其最初发表的论文中，称这项新技术为“色谱”，因为这种分析的结果是沿着吸附剂柱长用“颜色写成的”。

色谱是一种分离技术，将少量液体样品放进（或注入）一根管子，称为色谱柱，其中填充着叫做固定相的多孔颗粒。样品中的各个组分在一种靠重力驱动的液体（称为流动相）作用下，沿填充柱向下移动。



各样品组分通过其分子与填料之间的各种化学和/或物理相互作用被分离，流经的溶剂使其通过柱床。分开的组分在柱子的出口被收集，并用一种外部测量技术进行鉴定，如分光光度计，测定颜色深度，或用重量法，或其它能够测量分离组分量的技术。现在把柱液相色谱的现代形式称为“flash chromatography”（快速分离色谱）。

高效液相色谱（HPLC）是把少量液体样品注入一根填充着1到10微米粒径填料（固定相）的色谱柱中。泵通过高压驱动一种液体（流动相）使各样品组分沿柱子移动。

各组分与固定相和流动相的竞争性相互作用，以及组分分子与填料颗粒之间的各种化学和/或物理相互作用，使样品组分彼此分离。分离后的组分流出柱子时，由一台检测器测量各组分的量。检测信号的图形输出称为“色谱图”。

HPLC有三种用途：定性分析、定量分析和制备纯化合物。定性分析用于鉴定样品中的单一化合物。鉴定化合物的最常用参数是它的保留时间，即从进样到它被洗脱出来所经过的时间。根据所用的检测器不同，也可以基于化学结构、分子量或某些其它分子特性进行鉴定。

HPLC的第二个用途是定量分析，即确定样品中有什么组分，并测量每个组分的量（或浓度）。解析一张色谱图或进行定量有两种主要方法。第一种是测量色谱峰自基线的高度，第二种是测定其峰面积。要定量测定某个化合物，就要在同样条件下进样含已知量目标化合物的样品或标准，测量其峰高或峰面积。并对比随后分析的样品混合物中相同分析物的响应进行测量。

HPLC的第三个用途是纯化合物的制备。在检测器的出口收集色谱峰，并除去溶剂使化合物（也称为分析物）富集，可以制备出纯物质以备将来使用（如有机合成、鉴定、临床研究，或毒性研究等）。这种方法叫做制备色谱。



HPLC仪器

虽然LC和HPLC的原理是一样的，但在分析速度、效率、灵敏度和操作的简便性等方面，HPLC更胜一筹。下面将介绍HPLC系统的主要组成部分。

泵

HPLC的泵驱动一种液体以特定的流速（以每分钟毫升(mL/min)表示）通过液相色谱仪。正常流速一般在0.2到2 mL/min之间，毛细管和纳流分离可能更低，纯化分离可能更高。一般泵的压力可以达到6,000和9,000 psi (400和600 bar)。在色谱实验过程中，泵输送的流动相组成可以是恒定的（等度）或动态的（梯度）。

进样器

进样器（必须耐受系统的高压）将液体样品导入流动相的液流中，它不会中断或干扰系统的流量或压力。典型的进样量是1到20微升(μL)。进样器必须可以耐受系统的高压。当有很多样品要分析或对精度要求更高时，手动进样不能解决问题，就要用自动进样器，即自动化的进样器。

色谱柱

这是色谱仪的心脏，色谱柱的固定相通过利用各种物理或化学参数，分离感兴趣的样品组分。微小的填料颗粒（< 10-微米）紧密填充在柱子中，促成了样品组分的分离，同时也造成了正常流速下的高反压。泵必须努力推动流动相流经柱子，形成的阻力造成了色谱仪内的高压。

检测器

检测器可以看见从色谱柱中流出来（洗脱）的各种分子，其通常在流动相的稀溶液中。检测模式包括UV/VIS、荧光、示差折光、蒸发光散射、电导、电化学等各种形式，包括氧化还原测定、和质谱。检测器测量分析物的量，还可以提供鉴定或确证的辅助信息（光谱数据），化学家们因此能够对样品中的组分进行分析。检测器提供给记录器或计算机的信号形成液相色谱图。

计算机

常被称为数据系统，通常用计算机控制所有HPLC仪器的系统组件，并采集和贮存检测器的信号。在最后一步里，计算机处理来自检测器的信号并用这些信号确定样品组分的洗脱时间（定性分析）和样品的量（定量分析）。

HPLC分离模式

四种主要类型的色谱柱根据分析物的性质进行分离。分离的主要例子或模式有反相、离子交换、正相和凝胶过滤及尺寸排阻色谱。



反相 (C18, ODS, C8, C4, CN, RP和其它键合相)。反相分离主要用于有机或水溶性化合物，其在有机/水混合物中的溶解度有区别。

这种分离模式是目前最常用的LC技术，因为其色谱柱耐用、流动相与大多数样品基质都兼容，并可以利用各种分离机制。反相分离中所用的色谱柱一般填充着以多孔硅胶为基质的填料，填料上键合着直链烷烃，如辛二甲基硅烷（C8柱）或十八碳二甲基硅烷（C18柱或ODS)。

流动相通常是由易与水混溶的试剂和溶剂混合而成。常用的有机溶剂为甲醇（MeOH)、乙腈（ACN或MeCN）以及四氢呋喃（THF)。水、磷酸盐缓冲液、醋酸盐缓冲液和离子对试剂（例如烷基磺酸或四烷基铵混合物）经常使用。

一般避免使用卤化物盐或腐蚀性酸（例如，盐酸、高氯酸，以及硫酸），因为它们可能对仪器的不锈钢部件有腐蚀作用。虽然适当地小心可以使用几乎所有类型的试剂，但那些腐蚀性试剂的使用可能会带来维护上的问题。

离子交换 (IEX, 阳离子交换[CX], 阴离子交换[AX])。离子交换分离最常用于有机羧酸或磺酸、糖、蛋白质，传统的氨基酸分析采用柱子后衍生技术，还用于DNA/RNA相关化合物和寡核苷酸、无机阴离子和阳离子，以及某些小分子有机胺。

这些柱子以硅胶或交联的聚乙烯苯或甲基丙烯酸酯聚合物为基质材料，带电的位点（阴离子的或阳离子的）共价键链接在其表面上。这种模式所用的溶剂主要是缓冲液，有时为了改善溶解度或选择性（即改善分离）也添加一些有机溶剂。离子交换常用梯度分离模式（特别是复杂混合物，ＤＮＡ相关化合物、蛋白质、氨基酸）。

正相 (吸附和硅胶)。正相是目前使用最少的技术，在全球总应用中仅占5%以下。这类柱子的基质材料是硅胶，一般不衍生化，有时也加上氰丙基或氨丙基。正相使用的几乎都是非极性溶剂，这些溶剂一般与水不混溶。这种模式首先的分离包括制备色谱（因为馏分中的溶剂容易去除）、某些脂溶性维生素如维生素Ａ和Ｅ、某些合成产物和某些聚合物添加剂。

凝胶渗透、凝胶过滤和尺寸排阻色谱 (分别为GPC、GFC和SEC)。所有这些模式都是基于分子在特定溶液（在这里是流动相）中的尺寸。色谱柱可以以硅胶或聚合物材料为基质，带或不带共价键官能基，通常比分析分离所用的其它色谱柱更大，价格更高。

GPC常用于合成的或天然的聚合物，GFC用于蛋白质或大肽等生物大分子，SEC最能反映其分离机理。SEC分离一般比较简单，基本上不需要开发流动相，通常用等度洗脱，具有良好的可检测性。这类分析柱比其它分离模式的柱子要大3到10倍，但由于柱子和样品组分之间没有（或一般不会发生）化学相互作用，样品组分移动的速度和流动相一样快或更快，所以分离能很快完成。分离时间从10分钟到60分钟，取决于样品的分子体积范围。(分子量是在大多数情况下可以使用的类似语。)

柱尺寸和材料

现代HPLC柱一般是由不锈钢管制成的，其内部高度抛光，两端用整体或可拆卸的多孔筛板密封。筛板的空隙设计成可以让溶剂通过，同时又能阻挡颗粒进入和填料漏出。也用过PEEK、TEFLON™、其它惰性聚合物、玻璃和其它惰性材料。如果处理得当，合理考虑化学兼容性，对样品进行适当处理，色谱柱可以经历数千次进样而保持柱效不下降。

柱尺寸和填料粒径和分离模式一样重要。分析柱的内径（id）一般从1.0到6.0 mm，柱长从10道300 mm。

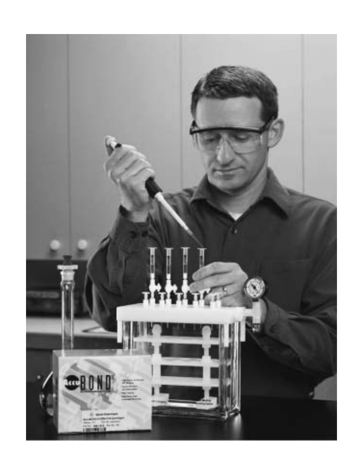
小内径柱子消耗的溶剂少，可以提高检测灵敏度，并能够在与质谱（MS）和蒸发光散射检测器（ELSD）兼容的流速下工作。但是，小柱床体积容易因柱外扩散或谱带展宽造成分离度的损失。需要使用特殊的管线、接头和流通池，以最大限度地减少柱外体积，提高实际柱效，实际柱效总是比理论柱效低。

相比之下，更大内径的柱子在比较高的流速下工作（一般为1.5到3 mL/min)，柱床体积比较大，消耗的流动相也显著增加。当这种柱子连接MS或ELSD类检测器时，可能需要分流。大内径柱子允许使用更大的进样量和样品容量。也可以用分析型的柱子进行低毫克水平的纯化。柱床体积更大使柱外扩散效应影响相对比较小。

另外，用很短的柱子可以进行极快的分离，虽然柱效（即分离能力）将会降低。更长的柱子能得到最高的分离度，但进行同样的分离要消耗更多的时间和溶剂。关于将分析方法从一种尺寸的柱子转移到另一种柱子上，在流速、梯度或分析时间上要进行哪些调整，请参见下面的“方法转移”。

粒径是另一个需要认真考虑的物理变量。我们早就知道，粒径越小，粒径分布越窄，柱效就越高，即对分离度的贡献越大。提高柱效与粒径的增大呈反比，因此，将粒径减小一半，柱效就能提高一倍，实际分离度能增加1.4倍（2的平方根，根据标准分离度公式）。可是，操作压力却呈指数增加，因此，

粒径减小一半，理论上将使压力增大4倍。由于这些原因，我们要将对分离度的需求和压力增加的负面影响进行平衡考虑，因为压力增加可能影响系统的可靠性、柱寿命，可能使分析时间延长，因为一旦达到最大压力，就必须降低操作流速。



高分离度快速系统和方法的概念

Agilent 1200系列高分离度快速LC的概念是：提高色谱分析速度和分离度，同时保持压力最低。该系统比常规LC的分析速度更快、分离度更高，从而获得了更高的样品通量和更高质量的数据。其优化了性能，同时最大限度地减少了超高压对仪器可靠性和寿命可能的影响。

通常，可以通过优化色谱柱、调节柱温、梯度延迟体积，以及降低柱外扩散体积，缩短分析时间、提高分离度和灵敏度。这些步骤确保了最可能好的系统性能，高速和高分辨分离，同时具有降低溶剂消耗和提高灵敏度的额外优点。用户可以感受到整个色谱过程的显著改善，特别是可以使用更高的操作压力，并与柱填料兼容。

为安捷伦新系统开发的新高压泵，流速从0.05到5 mL/min，最高压力达到600 bar。系统还配备了高效脱气机、600 bar低扩散自动进样器和新UV和MS检测器。可以为LC/UV及LC/MS应用进行最高速度和分离度的优化，可以运行任何传统的LC方法，新的安捷伦系统使用非常灵活。流速从0.05到5 mL/min，确保在一个操作平台上既可以进行半微量分析又能进行半制备分离。 在一个系统上可以运行任何HPLC和亚二微米LC操作模式，很容易使用已有的和新建立的HPLC方法，不需要重新验证，或进行大范围的再配置。

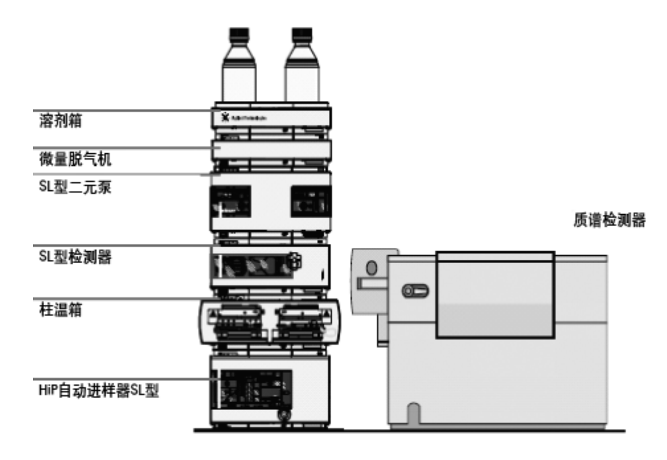


图 2. 包含MS检测器的模块式配置，实例

针对不同柱内径优化仪器设置

进行高通量样品分析时，主要关注的是缩短运行时间。要达到这一目的，通常的做法是使用非常短的柱子，达到每分钟流速的高柱体积。在灵活的RRLC系统概念中，我们可以选择2.1-mm、 3.0-mm和4.6-mm内径 (id)的柱子，每个都推荐了略有不同的仪器配置。使用2.1 mm id STM柱时最重要的是要将柱外体积减到最小。

与常规系统配置相比，使用4.6 mm, 5-um柱子最大的区别是从进样器之样品进入流路之处起，尽可能降低峰扩散。首先要把0.17-mm id的毛细管换成更细的0.12-mm id，柱外体积可以减少50%。进一步减少柱外体积的办法还有，柱温箱中使用经过特别设计的低扩散热交换器、为进出口流路特别设计小体积流通池，以改善洗脱状况。总之，所有毛细管都要尽可能短，尽可能少地使用两通。

经常听说色谱柱是“系统的心脏”。的确，根据广泛的用户需求正确地选择色谱柱，是方法开发和方法改进过程中的关键步

骤。可改变的参数有柱长、内径和粒度。增加柱长和减小粒度都可以提高柱子的分离能力。增加柱长将使操作压力、溶剂消耗量和分析时间呈正比地增加。而减小粒度使压力成指数增加，但对溶剂消耗和分析时间的影响较小，压力不能超过系统的最高压力或用户的要求。减小柱内径是减低溶剂消耗的常用方法，对分离和分析时间的影响较小。但是，由于柱外效应（必须特别关注这一负面的参数），柱效可以略有降低。

2.1 mm内径柱在LC/MS方法中很常用，因为其典型流速非常适合最通用的离子源。3 mm内径柱是对系统要求更高的2.1 mm id柱和溶剂消耗大的4.6 mm 内径之间的折衷。与2.1 mm柱相比，柱床体积几乎增加了2倍，可以使用更长光程、更大体积的UV流通池，提高了灵敏度，而又不会损失分离度。取决于离子源和流速，在MS前可能需要分流。

最常用的柱子是4.6-mm 内径柱。这种柱子有范围最广泛的固定相，允许有一定的柱外扩散，可以使用长光程的流通池，在纯信噪比基础上经常能提供最高的灵敏度。但是，4.6 mm id柱子每次分析的溶剂消耗最大。实际上，在类似的分析条件下，进样同样的样品质量，柱体积越小，总是能得到越高的灵敏度。

梯度延迟时间

安捷伦二元泵SL可以优化为最小延迟体积或最大溶剂混合性能。可以使用两种流路，只需要拆掉两个接头。如果泵的内体积相当大，梯度到达柱子的时间较长，从而使化合物沿着固定相移动的时间变长。柱体积非常小时，需要更长运行时间来补偿这种延迟。对于更大或更长的柱子，浅的梯度（一般在多肽和其它生物大分子分离时），这不是个重要参数。通常，我们应该考虑延迟的柱体积数是多少，而不是绝对体积，与梯度分析的总柱体积数相比。

像所有安捷伦进样器一样，Agilent 1200 SL型高效自动进样器也设计成当样品完全流出进样器系统后，可以用旁路模式（先进的延迟体积减少功能）。使用户能够更灵活地控制很小的但有时也很明显的延迟体积，这种延迟体积与通过样品定量管输送梯度有关。

小结

系统的灵活性通常排在与系统性能与可靠性一样高的位置。RRLC系统的开发完全考虑了这三方面的因素，不仅具有高效性能，还兼顾了精密度、分离度和速度。用户可以利用方法设计和转化的工具，首先围绕一根特定的柱子设计方法，然后选择优化的系统配置，以确保整体性能最优(关于解决方案指南请参见其它章节，或访问www.agilent.com/chem/cn)。有各种液相色谱任务的用户可以选择一台或更多的RRLC系统，运行广泛的方法，而不必考虑传统意义上的仪器局限，也不必要只关注专用系统。

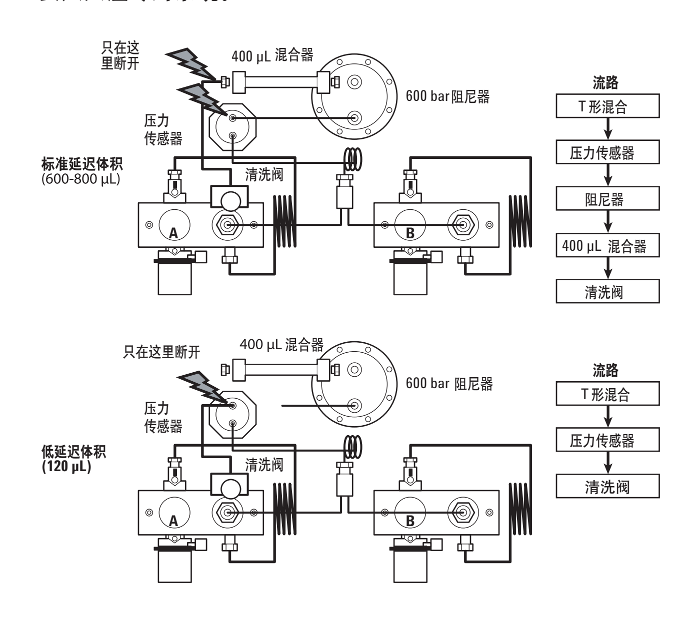


图 2. 二元泵SL上如何在标准和低延迟体积配置间进行变化

方法转换

有时为了将现有的方法用于新的用途，需要改变分离的规模。这可能包括增加质量容量（将分析分离放大成制备分离）、提高灵敏度（减小柱尺寸提高流入检测器的平均峰浓度，以改善检测能力），或提高通量。在每种情况下，根据简单的数学计算，都可以确保将方法进行相应的缩放，按照您的要求得到需要的容量、灵敏度、分离度和通量。

经常要转化在填充5-或10-μm大颗粒填料的旧柱子上开发的分析方法，简单地用更小粒度的柱子替代大柱子。这样做可以缩短分析时间、减少溶剂消耗、提高灵敏度，并确保与质谱离子源更兼容。

简单地说，一根含5 μm填料的250 mm长柱子，可以由150 mm长的3 μm柱替代。如果长度（L）对粒度（dp）的比例相等，可以认为两根柱子具有同样的分离能力。溶剂的消耗按L1/L2降低，所以将250 mm柱长的分离转化成150 mm柱时，溶剂消耗量每次分析减少了1.6 倍。如果进样等量的分析物，灵敏度也将提高1.6倍，因为色谱峰经过同样柱效的更小柱子时，稀释被减少了。

已经证明，液相色谱/质谱离子源，特别是电喷雾电离模式，在较低流速下（比液相色谱/紫外（LC/UV）光学检测方法所用的更低）灵敏度较高，因此，也可以减少柱内径使分析在较低流速下进行。流速和不同柱内径之间的关系见方程1。

$$\text{Flow}_{\text{col. 1}} \times \left[\frac{\text{Diam.}_{\text{column2}}}{\text{Diam.}_{\text{column1}}}\right]^2 = \text{Flow}_{\text{col. 2}} \quad \text{(eq. 1)}$$

减少柱长和内径的综合作用对溶剂消耗的影响，再次设想进样同样分析物质量到更小的柱子上，将使峰的相应成比例地增大。虽然，通常进样质量依柱尺寸而缩放，可以计算出成比例的进样量，两个柱子的空体积之比乘以原柱子的进样量（见方程2）。

$$\text{Inj. vol.}_{\text{col. 1}} \times \left[\frac{\text{Volume}_{\text{column2}}}{\text{Volume}_{\text{column1}}}\right] = \text{Inj. vol.}_{\text{col. 2}} \quad \text{(eq. 2)}$$

对于等度分离，用上述条件一般都可以成功地进行方法转换，分离度几乎没有什么变化。还有几个影响转换结果的其它参数。第一个参数是相对于流速的柱效，或更确切地说，是相对于线性流速的柱效，如van Deemter [1]等人所阐述的。第二个参数是经常被忽略的柱外扩散效应对柱子实际或经验柱效的影响。

虽然Van Deemter发现并用数学式表达了柱效和各种参数之间的关系，但我们最感兴趣的是他发现，对于填充良好的HPLC柱，任何粒径都有一个最佳线性流速，而且最佳流速随着粒径的增大而减小。这一点的实际应用意义正如以前讨论的，在于粒径减小后，通常可以通过增加线性流速进行进一步优化，从而进一步缩短了分析时间。洗脱速度增大将减少绝对峰宽，为了确保色谱分离被准确地记录在采集到的数据文件中，可能需要提高数据采集速率，降低信号过滤参数。

第二个重要的考虑是：经常被忽视的柱外扩散对实际或经验柱效的影响。随着柱体积的减少，峰洗脱体积也相应减少。如果使用的是较小粒径的填料，峰体积将进一步减少。液相色谱仪，特别是分析物经过的区域，由各种连接毛细管和接头组成，可以造成可观的谱带展宽。从进样器到检测器流通池，累积的扩散因素降低了色谱柱性能，使实际柱效远远低于纯理论计算值。在一台HPLC系统中测出20到100 μL的扩散是相当正常的。这种效应在最小尺寸和最小粒径柱上（其峰体积应该最小）的影响并不成比例。一定要注意把柱外体积减到最小，实际操作中，可以减少连接接头的数量，以及进样阀和检测器流通池的体积。

在梯度分离中，流动相的组成从分析起始开始增加，直到感兴趣的分析物从柱子中被洗脱出来，要想成功地将方法转移到比较小的柱子上，需要保留梯度斜率。很多出版物都把梯度斜率称为每分钟变化百分率，用单位柱体积的变化百分率表示更有用。用这种方式，方法转化时可以将柱体积的变化准确地转化成新的梯度条件。如果把梯度表中的每行梯度都看成一段的话，我们可以用下列方程表示梯度：

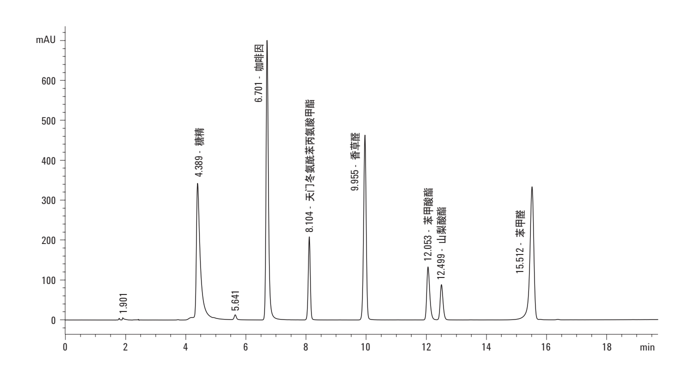
$$\%\ \text{Gradient slope} = \left[\frac{(\text{End\%} - \text{Start\%})}{\#\text{Column volumes}}\right] \quad \text{(eq. 3)}$$

注意，使用每单位柱体积的变化百分率，而不是每分钟的变化百分率，可以让用户通过改变梯度时间和/或梯度流速来控制

梯度斜率。梯度斜率值大将得到非常快的梯度，而分离度最小，降低梯度斜率将得到更高的分离度，但溶剂消耗量将增大，灵敏度有所降低。除非通过提高流速（在压力允许的范围内）使梯度斜率降低，而不是延长梯度时间，否则，分析时间也会更长。使用浅梯度能提高分离度，因为增加了有效容量因子k'。这种情况和等度分离非常类似，提高容量因子k'，将直接增加分离度。K值达到5到10时这种影响非常明显，其后就没什么太大改善了。在后面的例子里，我们将看到与上面讨论的计算相关的结果。

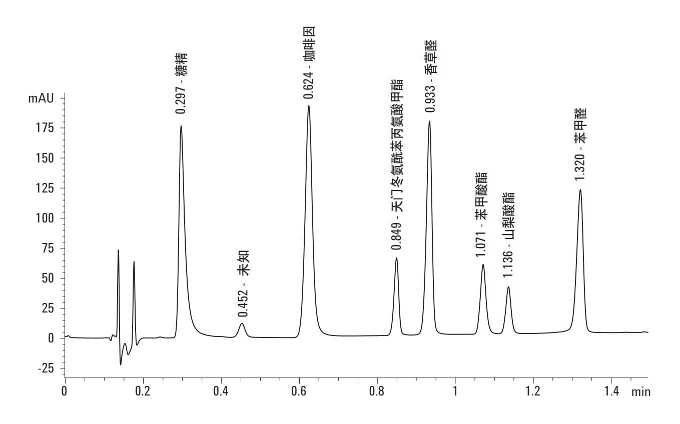
认真分析现有的梯度条件，并了解如何准确地计算新流速和梯度条件，可以更轻松而可靠地将现有方法转换成新的更快速或更高分离度的分析条件。另外，了解柱外扩散，特别是使用小的和高分离柱，将确保良好柱效，这对于方法的成功转换非常关键。

要进一步了解有关信息，可阅读应用报告5989-2908EN、5989-4721EN、5989-5176EN、5989-5177EN、5989-5178EN、 RRLC系统手册5989-4330EN和5989-5200EN。



条件

ZORBAX SB-C18 4.6 mm X 250 mm, 5 µm
柱温 30 °C
梯度 20 mM H_3PO_4 pH 3.65
(用氢氧化铵调节)
25分钟内从10% 到50% 乙腈
梯度斜率 2.8% 乙腈/柱体积
分析流速 1.41 mL/min
样品 标准各50 µg/mL
溶解在甲醇/水（1/1）中
15-µL 进样
总分析时间 37.5分钟
检测 UV 230 nm, 10 mm 13 µL流通池,
过滤器2 秒 (默认)
(Datafile SDADDS000006.D)



条件

ZORBAX SB-C18, 3.0 mm X 50 mm, 1.8 µm
柱温 45 °C
梯度 20 mM H3PO4 pH 3.65（用氢氧化铵调节），1.5 分钟内从10%到50%乙腈
梯度斜率 2.8% 乙腈/柱体积
分析流速 2.0 mL/min
样品 标准各 50 µg/mL，
溶于甲醇/水（1/1），进样2.5 µL
总分析时间 3 分钟
检测 UV 210 nm, 6-mm 5-µL 流通池
0.12 mm 内径入口热交换器，
过滤器0.2 秒
(数据文件 SDADDS_3MM31029.D)

样品制备技术

正确的样品制备是HPLC分析成功的重要因素。从溶解或稀释这样的简单技术，到多步骤去除基质干扰方法，有极为丰富的选择。样品处理过程的主要目标，是将样品制备成可进样的形式，与分析将要使用的操作条件兼容。互溶性和pH兼容性是这一步要考虑的主要因素。进一步的目标还包括：去除不想要的基质组分，这些组分可能会使分析变复杂或时间延长，或降低分离柱或系统其它部件的使用寿命。

过滤

样品过滤是最基本的步骤，目的是防止不溶性微粒对仪器和柱寿命造成影响。如果某些基质组分接触流动相时产生沉淀，或强烈地或不可逆地吸附在柱填料上时，也可以考虑对这些基质组分进行选择性沉淀，然后过滤或离心。

萃取

调节或不调节水相pH而进行的液/液萃取技术，根据溶解度对一般类别的化合物进行选择性萃取，已经应用了很长时间。虽然这对有限的样品很有效，但处理大量样品可能过于费力，除非有大规模自动化方法（如自动吸液和振摇）。取决于基质的复杂性，这些萃取技术可能不能有效地去除主要干扰物，或者可能遇到棘手的乳化问题，将限制速度，降低回收率和净化效率。

SPE，固/液萃取，可能是一种更广泛地分离样品混合物的方便方法。这是一种简单而通用的开管柱液相色谱方法。利用一种或多种色谱过程-反相、吸附/正相，或离子交换，可以手动处理单个样品，或自动脱机处理更大量的样品。

典型的SPE装置包括，各种尺寸的注射器针筒、装配了膜式滤芯、简单的聚合滤芯和微型滤芯的小型SPE小柱，可以连接一次性注射器和96孔板兼容设备。

在某些情况下，可以将SPE直接搬到液相色谱仪上，使其成为整个分析的一部分。当样品基质中颗粒或溶解的基质组分不太多时，在线SPE技术通常使用填充在保护柱中的可反复使用的介质。馏分的分离通过一个切换阀进行控制，用另外一个泵输送样品制备和SPE柱再生试剂，独立于主要分析硬件和柱子。这种方法在饮用水分析中的痕量富集中已被广泛应用，也用于其它适合在线样品处理的其他更复杂基质。要了解更多信息，可阅读应用报告5989-0813CHCN和5988-9917EN。

凝胶渗透色谱 (GPC)

GPC已作为高效样品净化技术得到了应用。因为其分离机理是根据尺寸而不是化学性质，所以它是一种非常有用的方法，能够从含各类小分子分析物的样品中去除脂类、蛋白质和其它较大分子。这种方法经常用于环境样品中各类分子的分析，特别是淤泥、土壤和其它固体基质，上述基质先彻底提取得到可溶性分析物和基质中的各种较大分子。应用报告5989-5401EN 和5989-0181EN中还有其它相关讨论。

理想的样品制备

理想的样品制备能够去除不想要的或有干扰的基质组分、缩短并简化分析、减少总的样品分析时间、降低每个样品的分析成本、延长柱寿命，并通过最终分析纯化的样品改善分析的总性能。以往的综述文章以及样品前处理产品供应商所发表的文献中有范围广泛的各种技术可供选择，这些都将帮助您针对特殊的样品制备需求采取现有的技术和材料。

将HPLC组件、合适的色谱柱化学和流动相化学，以及有效的样品处理恰当地结合在一起，是开发和使用耐用而可靠的分析和制备方法的关键，这些方法将在不同操作者的控制下，不断产生良好的结果。要了解安捷伦科技所提供的各种硬件、化学产品和参考文献，请参考我们的通用产品目录或在线访问我们www.agilent.com/chem/cn。注册以后，您可以购买色谱组件、消耗品和备件；下载技术参考文献、浏览常见问题解答；或和我们联系获取更多的技术信息。

这里采用的资料由安捷伦科技的Ron Majors和Mike Woodman提供。

应用参考索引

下表列出了安捷伦科技有关食品分析的应用。在这个指南中，通过列在发行号后面的页码可以浏览最新的应用摘要。下面列出的所有应用都可以通过安捷伦网站查阅全文 www.agilent.com/chem/cn。

碳水化合物、糖、糖醇

主要分析物	基质	LC 系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-6351EN 第5页 碳水化合物		等度	示差折光检测器	ZORBAX NH_2 4.6 mm X 250 mm, 5 µm	880952-708 或 840300-908	乙腈/水	
5988-4236EN 第6页 糖醇	饮料	等度	MSD $APCI^+$	Asahipak NH_2-50 2D 2 mm X 150 mm	替代 843300-908	乙腈/水	
5988-0118EN 第7页 右旋糖苷		等度	示差折光检测器	PL aquagel-OH MXA 7.5 mm X 30 mm, 8 µm PL aquagel-OH 30A, 7.5 mm X 30 mm, 8 µm	79911GF-MXA 和 79911GF-083	水	
5988-0117EN 第8页 淀粉		等度	示差折光检测器	Aq. GPC PSS Suprema 100 + 1000, 2 根 8 mm X 300 mm, 10 µm 型号的柱子	见应用报告	0.1M $NaNO_3$	
5966-0637EN 第9页 糖	柠檬水	等度	示差折光检测器	BioRad HPX-87（80°C下）		水 H_2SO_4	
5968-5144EN 糖、糖醇		等度	示差折光检测器	ZORBAX 碳水化合物 NH_2 4.6 mm X 250 mm, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	840300-908, 843300-908	乙腈/水	1
5965-9797 糖			ECD PAD	IEX	NA	水, NaOH	2

染料、着色剂、色素

主要分析物	基质	LC 系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-4736EN 第10页 苏丹染料	食品	二元梯度	MS TOF ESI^+	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 50 mm, 1.8 µm	922700-902	乙腈/水 醋酸铵	
5988-6355EN 第11页 FDC食品染料、防腐剂		四元梯度	DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 50 mm, 3.5 µm	935967-902	乙腈/水 TFA/TEA	
5968-2979E 第12页 花青素	圆白菜	二元梯度	MSD ESI^+ APCI	Inertsil ODS3 2.1 mm X 250 mm, 5 µm	建议 SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	乙腈/水 甲酸	
5980-0914 FDC食品染料、 防腐剂	Henderson		DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	935967-902	甲醇/水 TEA TFA	
5965-9042 染料, 分散性 和可溶性	塑胶		DAD	Hypersil BDS 3 mm X 125 mm, 3 um		乙腈/水 TBAHS, H_2SO_4	

染料、着色剂、色素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5964-3559 染料			DAD	Hypersil			

脂肪和油脂

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-2848EN 第14页 磷脂	大豆	Prep/35900E	ELSD (ESA), 某些用 MSD	Prep SIL 4.6 mm X 150 mm, 10 μm 21.2 mm X 150 mm, 10 μm	见应用报告	甲醇, IPA, 己烷, 盐, 水, $CHCl_3$	
5988-4235EN 第15页 甘油酸三酯		等度	MSD APCI+	Develosil ODS OG-3 4.6 mm X 75 mm	推荐SB-C18, 4.6 mm X 75 mm, 3.5 μm 866953-902	丙酮/水	
5968-0878E 第16页 甘油酸三酯	食用油	二元梯度	MSD APCI+	Hypersil MOS 2.1 mm X 200 mm, 5 μm	推荐 SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 μm 830990-902	IPA,正丁醇, 水, 甲酸铵	
5966-0744E 第17页 甘油酸三酯 及其过氧化物	食用油	四元梯度	DAD 3通道	Hypersil MOS 2.1 mm X 200 mm, 5 μm	推荐 SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 μm 830990-902	乙腈/MTBE/ 水	
5966-0635E 皂化脂肪酸	食物		DAD, 衍生化	Hypersil MOS 2.1 mm X 200 mm, 5 μm		ACN, THF, 水	3
5966-0634E 甘油酸三酯	橄榄油， 菜籽油	等度	示差折光检测器	Hypersil MOS 2.1 mm X 200 mm, 5 μm		ACN/丙酮	
5954-6269E 废型 甘油酸三酯	植物油	以前的 HP	DAD	Hypersil MOS 2.1 mm X 200 mm, 3 μm		ACN, MTBE, 水	

香料、甜味剂、有机酸

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5178EN 第18页 香料、甜味剂 防腐剂	软饮料	1200SL	DAD	ZORBAX SB-C18 4.6 mm X 250 mm, 5 μm, 3 mm X 50 mm 1.8 μm (600 bar)	827975-302 (1.8 μm) 880975-902 (5 μm)	乙腈/水 Amm, HPO_4	
5989-1265EN 第19页 有机酸	食品	四元梯度	DAD	ZORBAX SB-Aq 4.6 mm X 150 mm, 5 μm	883975-914	乙腈/水 20 mM 磷酸盐	
5988-6353EN 第20页 调味剂	漱口水	二元梯度	DAD	ZORBAX SB-Phenyl 2.1 mm X 50 mm, 5 μm	860975-912	乙腈/水 TFA	
5988-6352EN 第21页 半挥发性香料		等度	DAD	ZORBAX XDB-Phenyl 4.6 mm X 150 mm, 3.5 μm	963967-912	MeOH/水	
5988-6349EN 第 22页 天门冬氨酰苯丙氨 酸甲酯表面活性剂	可乐类饮料	等度	DAD	ZORBAX SB-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 μm	866953-902	乙腈/水 TFA	

香料、甜味剂、有机酸（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5966-0741E							
APM 天门冬氨酰 苯丙氨酸甲酯			DAD/FLD w/ OPA deriv.	Hypersil ODS 2.1 mm X 200 mm, 5 µm		MeOH/水 NaOAc	4
5966-0631E							
苦味柚皮素 橘皮苷	柑橘		DAD	Hypersil BDS 4 mm X 125 mm, 5 µm		乙腈/水 H_2SO_4	
5966-0630E							
香草醛	杂质		DAD	Hypersil BDS 4 mm X100 mm, 3 µm		乙腈/水 H_2SO_4	
5966-0627E							
有机酸	葡萄酒		DAD	BioRad HPX-87		水, H_2SO_4	

药草补剂、天然产物、植物激素

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5237EN 第 23 页							
黄嘌呤代谢物		等度	DAD	Eclipse Plus C18 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	959993-902	乙腈/水 25 mm 磷酸盐	
5989-4907EN page 24							
甘草甜素	甘草	1200SL	DAD	ZORBAX SB-C18 RRHT, 4.6 mm X 150 mm, 1.8 µm	829975-902	乙腈/水 醋酸	
5989-4857EN 第 25 页							
黄嘌呤	茶、巧克力	1200SL	DAD 2 µL 流通池	RRHT 1.8 µm 不同尺寸	不同部件号	乙腈/水 甲酸	
5989-4506EN 第26页							
人参皂甙第1部分	人参	1200SL	MS TOF ESI+	SB-C18 RRHT, 2.1 mm X 150 mm,1.8 µm	820700-902	乙腈/水 TFA	
5989-0591EN 第27页							
花青素	蓝莓	制备	DAD	Prep-C18, 21.2 mm X 250 mm, 10 µm 4.6 mm X 250 mm, 5 µm	410910-102 440905-902	甲醇/水 TFA	
5988-6362EN 第28页							
花青素		梯度	DAD	ZORBAX SB-C18 4.6 mm, 5 µm, and 3.5 µm	见应用报告	甲醇/水 磷酸	
5988-6357EN 第29页							
类黄酮、儿茶酚		梯度	DAD	ZORBAX SB-C8 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm	863953-906	甲醇/水 TFA	
5989-5493EN							
人参皂甙	人参	1200SL	MS 离子阱 TOF采用 ESI^+ 和DAD	SB-C18 2.1 mm X 150 mm 1.8 µm	820700-902	乙腈/水 TFA	
5989-4705EN							
人参皂甙第2部分	人参	1200SL	MSn 离子阱 ESI^+	SB-C18 2.1mm X 150 mm 1.8 µm	820700-902	乙腈/水 TFA	
5989-0389EN							
麻黄碱异构体	麻黄碱		MSD ESI^+	SB-Aq 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	871700-914	水甲酸	
5989-0261EN							
麦角碱	真菌提取物	纳流 LC 半制备 LC	MSn 离子阱 ESI^+	纳柱, 未指定		未指定	

药草补剂、天然产物、植物激素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-7136EN 生物碱 黄连素等	白毛莨		DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm	963967-902	乙腈/水 TEA 醋酸铵	
5988-6285EN 植物生长激素			DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 5 µm	866953-906	乙腈/水 TFA	
5988-5749EN 刺芒柄花素	红三叶草	四元梯度	DAD/FLD	SB-C18 3 mm X 150 mm, 5 µm	883975-302	乙腈/水 HOAc	
5988-2399EN 植物性雌激素, 糖苷, 异黄酮类	红三叶草	四元梯度	DAD/FLD	SB-C18 4.6 mm X 250 mm, 5 µm	880975-902	乙腈/水 H_3PO_4	
5988-0637EN 蒽醌类- 大黄酸， 大黄素	大黄	制备	DAD	SB-C18 3 mm X 150 mm, 5 µm, 21.2 mm X 150 mm, 5 µm	883975-302	乙腈/水 HOAc	
5980-2081E 麻黄碱, 生物碱, 黄连素, 粉防己碱, 防己诺林碱, 绿原酸,等	麻黄 功劳木 其它	CE	CEMS	75 µm 石英毛细管	不同部件号	硼酸盐	
5968-8869E 人参皂甙, 皂甙	人参		MSn Ion 离子阱 ESI^+	SB-C18 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	863954-302	乙腈/水 醋酸	5
5968-6252 大黄酸, 大黄素 轻泻剂	大黄		DAD	SB-C18 3 mm X 150 mm, 5 µm, 9.4 mm X 150 mm, 5 µm	883975-302 846975-202	乙腈/水 醋酸铵, H_2SO_4	
5968-2975E 阿托品 莨菪碱	颠茄属 莨菪		DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-906	乙腈/水 KH_2PO_4	
5968-2974E 奎宁，奎尼丁	金鸡纳皮 (Cortex Cinchonae) 树皮		DAD	Purospher RP18 4 mm X 125 mm, 5 µm		乙腈/水 KH_2PO_4	
5968-2973E 槲皮素 山奈酚, 异鼠李素	银杏 (Gingko biloba)		DAD	Hypersil ODS 4 mm X 125 mm, 5 µm		MeOH/水 H_3PO_4	
5968-2972E 大黄酸, 大黄素	大黄 (Rheum palmatum)		DAD	Hypersil ODS 4 mm X 125 mm, 5 µm		乙腈/水 醋酸铵	
5968-2884E 麻黄素 去甲麻黄碱 刺激剂	麻黄, Ephedra sinica stapf		DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-906	乙腈/水 KH_2PO_4	

药草补剂、天然产物、植物激素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5968-2882E 儿茶酸, 儿茶醛, 各种 丹参黄酮	丹参提取物		DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-906	乙腈/水 KH_2PO_4	
5966-2591EN 植物激素			DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-906	乙腈/水 TFA	
5965-9802E 儿茶酚	茶		ECD	Hypersil BDS 4 mm X 250 mm, 5 µm 卡套柱	推荐 XDB-C18 或 SB-C18 化学	MeOH/水, $NaNO_3$, H_2SO_4	

防腐剂

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5178EN 第30页 香料、甜味剂 防腐剂	软饮料	1200SL	DAD	ZORBAX SB-C18 4.6 mm X 250 mm, 5 µm, 3 mm X 50 mm, 1.8 µm (600 bar)	827975-302 (1.8 µm) 和 880975-902 (5 µm)	乙腈/水 磷酸氢铵	
5989-3635EN 第31页 防腐剂, 苯氧乙醇		梯度	DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm	963967-902	MeOH/水	
5988-6356EN 防腐剂	食品		DAD	SB-C18 4.6 mm X 30 mm, 3.5 µm 卡套柱	833975-902	乙腈/水 H_3PO_4	
5966-0629E 防腐剂	Wine dressing		DAD	Hypersil BDS 4 mm X 125 mm, 5 µm		乙腈/水 H_2SO_4	
5966-0628E 抗氧化剂	口香糖		DAD	Hypersil BDS 4 mm X 100 mm, 3 µm		乙腈/水 H_2SO_4	

蛋白质、多肽、氨基酸

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-6358EN 第32页 蛋白质	小麦	梯度	DAD	ZORBAX 300 SB-CN, 300 SB-C8	883995-906, 883995-905	乙腈/水 TFA	6
5988-6348EN 第33页 蛋白质	小麦	梯度	DAD	ZORBAX 300 SB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	883995-906	乙腈/水 TFA	7
5988-6081EN 第34页 BSA (牛血清 白蛋白) 裂解液, 多肽		二元梯度	DAD	Poroshell 300 SB-C18 2.1 mm X 75 mm, 5 µm ZORBAX 300 SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm	660750-902, 883750-902	乙腈/水 TFA	快速
5980-1193EN 第35页 AAA氨基酸		梯度	FLD/ OPA-FMOC	Eclipse-AAA 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm 3 mm X 150 mm, 3.5 µm 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	见应用报告	ACN, MeOH, 水 Na_2HPO_4, NaOH	8

蛋白质、多肽、氨基酸（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-0015EN 蛋白质			DAD	300 SB-x, Poroshell SB-x	各种	乙腈/水 TFA	
5988-7930EN 蛋白质，多肽			MSn 离子阱 AP/MALDI	MALDI	NA	NA	
5988-0897EN 多肽 磷酸化			MSn离子阱 含谱库, DAD	300 SB-C18 0.3 mm X 150 mm, 5 µm	5064-8291	乙腈/水 甲酸	
5980-2155 蛋白质		CapLC	MSn离子阱 ESI^+	180 µm 300A C18	未知	乙腈/水 甲酸	
5966-0746 AAA 氨基酸	啤酒		FLD OPA/ FMOC	Hypersil ODS 2.1 mm X 200 mm, 5 µm		ACN, THF, 水, NaOAc	

控制使用的/危险的药物

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5319EN 第36页 药物	水	1200SL	MSMS QQQ $ESI^\pm$	Extend-C18 2.1 mm X 100 mm, 1.8 µm	728700-902	乙腈/水 甲酸铵	脱机 SPE
5989-0738EN 第37页 硝基呋喃	家禽, 虾	二元梯度	MSn离子阱 XCT ESI^-	ZORBAX XDB-C8 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	971700-906	乙腈/水 醋酸	
5989-0596EN 第38页 氟喹诺酮	牛肾	二元梯度	MSD ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	
5988-9920EN 第39页 氯霉素	虾，蜂蜜	二元梯度	MSD和 MSn离子阱 ESI^-	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-902	MeOH/ACN/ 水醋酸铵	
5988-7135EN 第40页 磺胺药物	肉	梯度	DAD	RP-18 Purospher 4 mm X 250 mm 5 µm	79925PU-584	乙腈/水 H_3PO_4	
5980-2499EN 第41页 磺胺药物		CapLC	DAD MSD ESI^+	ZORBAX SB-C18 0.5 mm X 150 mm, 3.5 µm	5064-8262	乙腈/水 甲酸	
5989-4858EN 雌激素	河水, 污水, 处理过的污水		MS TOF $APPI^-$	Luna Phenyl Hexyl 2.0 mm X 150 mm 3 µm w/保护柱 2.0 mm X 4 mm, 3 µm	各种 见应用报告	异丙醇/ 环己烷	10
5989-1302EN Poster 硝基呋喃	家禽，虾		MS TOF ESI^+	ZORBAX XCB-C18 2.1 mm X 50 mm 3.5 µm	971700-902	乙腈/水 醋酸	11
5989-0182EN 磺胺药物	猪肉		MSD $APCI^+$	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	12

控制使用的/危险的药物（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-8999EN 氯霉素	鱼		MSD APPI⁻, DAD	ZORBAX XDB-C18 3 mm X 150 mm, 5 µm	993967-302	MeOH/水 醋酸铵	13
5988-8903EN 硝基呋喃	家禽		MSD ESI⁺, DAD	Inertsil ODS3 2.1 mm X 150 mm, 5 µm		乙腈/水 甲酸	14
5988-6926EN 类固醇	水		MSn离子阱 APCI±, APCI⁺, DAD	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	971700-902	乙腈/水 醋酸铵	15
5966-1619 四环素	肉，食品		DAD	Hypersil BDS 4 mm X 100 mm, 3 µm	推荐 SB-C18 化学	乙腈/水 H_2SO_4	16
5965-9794 抗菌素, 磺胺	肉		DAD	Purospher RP18 4 mm X 250 mm, 5 µm	推荐 SB-C18 化学	乙腈/水 H_3PO_4	
5989-5505EN 砷形态	尿，水	LC-ICPMS	ICPMS	G3288-80000 Arsenic column, 4.6 mm X 250 mm	G3288-80000 plus G3154-65002 (保护柱)	EtOH, 水, 磷酸盐 EDTA, NaOAc, $NaNO_3$	
5989-3572EN 甲基汞, 汞, 乙基汞	水, 合成海水 土壤	LC/ICP-MS	ICPMS	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 50 mm, 5 µm	960967-902	MeOH/水 醋酸铵 2-巯基乙醇	
5989-2883EN 酸性除草剂, 类固醇	水		MSD ESI⁻	Extend-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	763750-902	乙腈/水 甲酸 NH_3 TEA	17
5989-2324EN 除草剂 抗菌素, peptide bialaphos, bilanaphos	Bialaphos		MSn离子阱, MS TOF, 均采用ESI⁺	Infusion	NA	NA	18
5989-1270EN 各种杀虫剂 药物	食品		各种条件	各种条件	各种条件	各种条件	19
5989-0814EN 杀草强	地下水		MSD APCI⁺	SB-C18 3 mm X 150 mm, 3.5 µm	863954-302	MeOH/水 醋酸铵	20
5989-0181EN EPA 3640A 混合标准	植物油 椰菜， 动物脂肪	GPC	DAD	各种有机GPC	见应用报告	各种条件	21
5989-5403EN 第42页 HMF 羟甲基- 呋喃	面包，谷物 酸奶	二元梯度	MSD APCI⁺	Bonus-RP 2.1 mm X 100 mm, 3.5 µm	861768-901	水醋酸 甲酸	脱机 SPE
5988-2884EN 第43页 丙烯酰胺	饮用水	两个双位 6通阀 用于自动SPE	MS TOF ESI⁺	ZORBAX SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm	883700-922	乙腈/水 甲酸	

控制使用的/危险的其它物质

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-2481EN 第44页							
铬形态	水样	Metrohm 818 泵, Agilent 7500 ISIS 进样器	IC-ICPMS	Agilent Cr 4.6 mm X 30 mm, 5 µm	G3268A	水 Na_2 EDTA NaOH	22
5989-0816EN 第45页							
高氯酸盐	水, 蔬菜	Metrohm IC	MSD ESI^-	MetroSep ASUPP-5 4 mm X 100 mm	见应用报告	MeOH/水 30 mm NaOH	
5988-9893EN 第46页							
三甲胺基砷	鱼	等度 G1310A	ICP-MS	Hamilton PRP X-100	联系 厂商	$AmmHCO_3$/ 酒石酸	
5988-3161EN							
溴酸盐	饮用水		ICP-MS	IC Dionex PA-100 9.4 mm X 250 mm		水, 硝酸铵, HNO_3	
5968-3049							
溴酸盐, 碘酸盐	臭氧处理的 水	Yokagawa IC	ICP-MS 或 DAD 柱后衍生	IC见应用报告		水, 碳酸盐/ 重碳酸盐	23
5966-0633							
阴离子	水	等度	DAD, 间接 UV	要了解有关反相柱 和流动相的信息 请与作者联系		乙腈/水 NaOH plus UV 模式	24

控制使用的/危险的天然毒素

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-2912EN 第47页							
DSP 海藻毒素	贝类	四元梯度	MSD $ESI^{\pm}$	ZORBAX SB-C18 3 mm X 150 mm, 5 µm, 9.4 mm X 50 mm, 5 µm 半制备	883975-302 和 846975-202	MeOH/水 甲酸	
5968-2124E 第49页							
毒枝菌素 烟曲霉素	谷物	二元梯度	MSD ESI^+	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm	993700-902	乙腈/水 醋酸铵	
00060329.pdf 第50页							
黄曲霉素	各种食品	Agilent/ Gerstel 在线SPE	MSD ESI^+	Phenomenex MAX RP 2.1 mm X 250 mm, 5 µm	推荐 SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm 830990-902	乙腈/水 甲酸	25
5989-3634EN							
黄曲霉素			DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 3.5 µm	963967-902	MeOH, ACN, 水	
5968-3796E							
变性毒素A, 生物碱 神经毒素	(海藻) 饮用水	MSD ESI^+	Inertsil ODS3 2.1 mm X 150 mm, 5 µm		推荐 SB-C18 or XDB-C18 化学	乙腈/水 醋酸铵	26
5968-2123E							
微囊藻素	淡水（表层）		MSD ESI^+	Mytisil ODS 2.1 mm X 100 mm, 5 µm	推荐 SB-C18 化学	乙腈/水 甲酸	

控制使用的/危险的天然毒素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5966-0632							
黄曲霉素, 毒枝菌素, 棒曲霉素等	各种食品		DAD/FLD	各种条件	各种条件	各种条件	27
5952-5852 废型							
毒枝菌素		旧的 HP	MS 热喷雾 (旧)	Vydac 201HSB 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	推荐 SB-C8 或 XDB-C8 化学	乙腈/水 醋酸铵	
5952-5852							
各种真菌	各种食品	5988A	MS 热喷雾 (旧)	各种条件	各种条件	各种条件	原HP毒素 应用报告
5091-8692							
毒枝菌素	各种食品		DAD w/ 谱库，FLD	各种色谱柱	见应用报告	各种流动相	

控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5459EN 第51页							
44种杀虫剂	蔬菜, 水果	二元梯度	MSMS QQQ ESI^+	Extend-C18 2.1 mm X 100 mm, 1.8 µm	728700-902	乙腈/水 甲酸铵	SPE 净化
5989-5176EN 第52页							
酸性除草剂	水	自动SPE/1200SL 带双二元泵 6通阀	DAD	ZORBAX SB-C18 5-, 3.5-, 和 1.8-µm 柱	见应用报告	乙腈/水 H_3PO_4	
5989-2728EN 第54页							
采后杀菌剂	柑橘	二元梯度	MS TOF, MSn 离子阱，均采 用ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	28
5989-1842EN 第55页							
氯化烟碱类 杀虫剂	蔬菜 水果	二元梯度	MS TOF, MSn 离子阱, 均采用 ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	
5989-0813EN 第56页							
苯基脲类, 三嗪类 除草剂	水	双二元泵 6通阀用于 自动SPE	MSD $APCI^{\pm}$	ZORBAX XDB-C8 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	971700-906	MeOH/水 甲酸	
5989-5469EN							
100 种杀虫剂	蔬菜 水果		MSMS QQQ ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	
5989-5320EN							
杀虫剂	水	1200SL	MSMS QQQ 正，负ESI	Extend-C18 2.1 mm X 100 mm, 1.8 µm	728700-902	乙腈/水 醋酸，甲酸 氢氧化铵	29
5989-3573EN							
特丁津	橄榄油		MS TOF, MSn 离子阱均采 用ESI^+	ZORBAX XDB-C8, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	30
5989-2209EN							
杀真菌剂	蔬菜, 水果		MS TOF, MSn 离子阱 ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	

控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-1924EN 杀虫剂	蔬菜		MS TOF, MSn 离子阱均采用 ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	
5989-1688EN 杀虫剂	饮用水		MSD ESI^+	Hypersil BDS 2 mm X 100 mm, 3 µm		ACN,MeOH, 水 醋酸铵	
5989-0930EN 各种物质包括 杀虫剂			DAD	Eclipse CN, C18	各种部件号	MeOH/水	
5989-0371EN 杀虫剂 咪唑烟酸	水		MSD $ESI^\pm$, DAD	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	930990-902	乙腈/水 甲酸	31
5989-0184EN 杀草强除草剂	水		MSD $APCI^+$	ZORBAX SB-C18 3 mm X 150 mm, 3.5 µm	863954-302	MeOH/水 醋酸铵	32
5988-8692EN 杀虫剂, 抗菌素			DAD	3-mm RP色谱柱	各种部件号	各种流动相	
5988-8595EN 除草剂 苯基脲类 三嗪类	水		MSD $ESI^\pm$	ZORBAX XDB-C8 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	971700-906	MeOH/水 甲酸	
5988-8449EN 杀虫剂			DAD	ZORBAX SB-C18 3 mm X 250 mm, 5 µm	880975-302	乙腈/水 NaOAc	
5988-7351EN 百草枯 杀草快	水	双二元泵 6通阀 用于自动SPE	MSD ESI^+	Extend-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	763750-902	乙腈/水 TDFHA (tetradecafluoro- heptanoic acid)	33
5988-7220EN 百草枯杀草快	水	双二元泵 6通阀 用于自动SPE	MSD ESI^+	Extend-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	763750-902	乙腈/水 TDFHA (tetradecafluoro- heptanoic acid)	34
5988-6686EN 嗪氨灵 杀真菌剂异构体			DAD	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	乙腈/水 甲酸	
5988-6635EN 杀虫剂 苯基脲类, 氨基甲酸酯			MSD ESI, APCI, APPI	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 50 mm, 3.5 µm	935967-906	ACN, MeOH, 醋酸	35
5988-5882EN 酸性除草剂, 拿草特	水		MSD ESI^-	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm	930990-902	乙腈/水 甲酸	36
5988-4981EN 草甘膦, AMPA	水		MSD ESI^+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 50 mm, 5 µm	946975-906	乙腈/水 醋酸铵	37

控制使用的/危险的杀虫剂和除草剂（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-4708EN 氨基甲酸酯	蔬菜 椰菜		MSD ESI+	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm, 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	960967-902, 993967-902	乙腈/水 醋酸铵	
5988-4233EN 西玛津, 禾草丹, 福美联			MSD ESI+	Inertsil ODS3 2.1 mm X 250 mm, 5 µm		甲醇/水 醋酸铵	38
5988-3844EN 糖基化 类黄酮	植物，玉簪属植物		MSD ESI–	300SB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm	883750-902	乙腈/水 醋酸铵	39
5988-3774EN 有机磷 杀虫剂			MSD ESI+, DAD	ZORBAX SB-C18 2.1 mm X 50 mm, 3.5 µm	871700-902	乙腈/水 醋酸铵	40
5988-3649EN Sulfonylureas,	地表水	Cohesive	Msn离子阱 ESI+	Metasil Basic 2.1 mm X 100 mm, 5 µm		乙腈/水 醋酸、醋酸铵	41
5980-0561E 灭鼠剂 伐草克, 杀鼠醚, 克鼠灵	香肠，狗 胃内容物		MSD ESI±, APCI, DAD	ZORBAX XDB-C18 2.1 mm X 150 mm, 5 µm	993700-902	甲醇/水 醋酸铵	42
5980-0332E 胺甲萘	复杂食品混合物		MSn 离子阱 ESI+	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 250 mm, 5 µm	990967-906	乙腈/水 醋酸，醋酸铵	43
5966-0743 草甘膦			FLD 柱后衍生	IEX			44
5966-0742 三嗪类 苯基脲类, 噻唑隆, 杀草快，百草枯, 巯基苯并噻唑	色拉调料		DAD	Hypersil BDS 3 mm X 100 mm, 3 µm	推荐 XDB-C18 化学	乙腈/水	
5954-7852E 废型 氨基甲酸酯		旧 HP	FLD w/ 柱后衍生	C18 4.6 mm X 250 mm, 5 µm		甲醇/水	45
5091-3621 草甘膦	饮用水	LC/Pickering	FLD w/ 柱前或 柱后衍生	SAX-300 4.6 mm X 100 mm	79919QA-754	水, 磷酸盐	46

脂溶性维生素

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-6361EN 第58页 视黄醇		等度	DAD	ZORBAX Sil 4.6 mm X 250 mm, 5 µm	880952-701	二氧六环 tBME, 正己烷	
5988-6359EN 第59页 脂溶性维生素		等度	DAD	ZORBAX XDB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	993967-906	甲醇/水	
5968-9408E 第60页 生素 D3 禽饲料		二元梯度	MSn离子阱 APCI+	流动注射 – 无柱	NA	甲醇/水 醋酸	

脂溶性维生素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5968-2970 第61页 脂溶性 维生素A,D, E		四元梯度	DAD	ZORBAX XDB-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	7995118-344	MeOH/水	
5988-6354EN 脂溶性 维生素			VWD 带波长切换	SB-C18 4.6 mm X 150 mm, 5 µm, XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	883975-902 XDB-C18 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	MeOH/ACN	
5988-6350EN 脂溶性维生素 A,D 和E 异构体 K1			VWD 带波长切换	ODS 4.6 mm X 250 mm, 5 um, ODS 经典 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	884950-543, 883952-702	MeOH/ACN	
5980-1390 麦角甾醇 维生素D前体	土壤		DAD	Rx-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866967-902	MeOH/水	
5966-0745 脂溶性 维生素			DAD, 多种波长	Hypersil MOS 2.1 mm X 100 mm, 5 µm	建议 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm Zorbax Sil	乙腈/水	
5966-0641 生育酚异构体, 维生素 E	人造黄油		DAD/FLD	Hypersil SI 2.1 mm X 100 mm, 5 µm	建议 2.1 mm X 150 mm, 3.5 µm Zorbax Sil	IPA/己烷	

复合维生素

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5091-3194 维生素A,B,C,E	各种食品		ECD	Lichrospher, Hypersil		各种条件	

水溶性维生素

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-6365EN 第62页 水溶性 维生素		梯度	DAD	ZORBAX SB-C8 4.6 mm X 150 mm, 5 µm	883975-906	MeOH/水 磷酸盐	
5988-5761EN 第63页 水溶性 维生素	猫粮	梯度	DAD	ZORBAX SB-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-902	乙腈/水 醋酸 醋酸，磷酸 TEA 己烷 磺酸盐	47
5988-6364EN 水溶性 维生素	片剂		DAD	SB-C18 4.6 mm X 250 mm, 5 µm, USP23, L1	880975-902	MeOH/水 醋酸，己烷 磺酸盐	
5988-6363EN 水溶性 维生素			DAD	SB-C8 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-906	MeOH/水 磷酸 己烷 磺酸盐	
5968-2971 水溶性 维生素		可制冷的 自动进样器	DAD	SB-C18 4.6 mm X 75 mm, 3.5 µm	866953-902	乙腈/水 磷酸盐	

水溶性维生素（续）

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5966-0639 水溶性 维生素	片剂		DAD	Hypersil BDS 4 mm X 100 mm, 3 µm		乙腈/水 H_2SO_4	

混合出版物

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5989-5177EN 方法转移 实例，酸性除草剂		1200SL	DAD	SB-C18 5-, 3.5- 和 1.8-µm 色谱柱	见应用报告	乙腈/水 H_3PO_4	
5989-4934EN 类固醇，生物碱			DAD	各种Eclipse RP柱	各种条件	各种条件	
5989-4721EN 遮光剂, 苯基酮, 止痛剂			DAD	各种RP柱	各种条件	各种条件	48
5989-4086EN Luteoskyrin			各种方法	各种Eclipse RP柱	各种条件	各种条件	
5989-1947EN 食品解决方案指南			各种条件	各种条件	各种条件	各种条件	49
5988-4931EN 杀虫剂, 多肽, APM (天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯)等			DAD	各种条件	各种条件	各种条件	50
5988-1786EN 各类化合物			DAD	ZORBAX通用	各种条件	各种条件	51
5968-9346E FLD应用概况			FLD	各种条件	各种条件	各种条件	52
5968-8569pdf 多肽, 天门冬氨酰苯丙氨酸甲酯, NSAIDs			DAD	ZORBAX 各种柱	各种条件 5 和 3.5 µm	各种条件	53

包装材料

主要分析物	基质	LC系统	检测	色谱柱	色谱柱部件号	流动相	注
5988-8610EN 抗氧化剂	聚合物		MSD $APCI^{\pm}$, DAD	ZORBAX XDB-C8, 4.6 mm X 50 mm, 3.5 µm	935967-906	ACN,MeOH, THF, 水	
5967-6102E 双酚 A酯	食品		MSD ESI^{+}	Hypersil ODS 2.1 mm X 200 mm, 5 µm		乙腈/水 醋酸铵	

应用参考指南注释

1 加入 12 pp
2 柱后加入NaOH溶液
3 溴代苯乙酰溴代衍生化试剂
4 柱前衍生w/ OPA/巯基乙醇
5 MS和MSMS，某些直接进样，某些经过色谱分离
6 各种键合相的比较
7 柱温 与分离质量和选择性
8 柱前衍生
9 日文，如需要英文版，请与安捷伦Woodman联系
10 脱机自动SPE过程，正相净化(SB-CN 4.6 mm X 50 mm 5 µm和保护柱，用异丙醇/环己烷洗脱)，GPC净化 (PLgel 50A 用$MeCl_2$洗脱)，柱后加入质量参考溶液
11 脱机柱前衍生
12 详细的样品制备过程包括脱机SPE
13 柱后掺入丙酮
14 脱机柱前衍生，详细的样品制备
15 大体积直接进样，强、弱稀释剂对峰形影响的良好对比
16 提供详细的样品制备过程
17 探讨了离子抑制的问题，使用柱后加入
18 通过离子阱MSMS和TOF的精确质量分析，解析结构
19 食品安全基础读物_LC, GC, ICP
20 己基氯甲酸酯衍生化，SPE痕量富集
21 上样指南，各种溶剂
22 色谱柱通常与ICP-MS一起销售，详情请向代理商垂询
23 已投寄: Journal of Chromatography A, 789, 259-265 (1997)
24 UV 改性剂，可以是芳香酸，如4-OH-苯甲酸或苯均三酸，某些应用使用氯化十六烷基吡啶作为间接或替代UV阴离子
25 B1和G1分离前溴化
26 用FMOC在线衍生，非常详尽
27 在本篇综述文章中，有详尽的样品制备方法和参考文献
28 QuECHERS样品制备
29 脱机SPE痕量富集
30 液/液萃取和SPE
31 探讨了离子抑制的问题，使用柱后加入，"全自动脱机SPE"
32 衍生化，SPE痕量富集
33 新离子对试剂
34 新离子对试剂
35 柱后加入APPI 掺杂剂
36 "全自动脱机SPE"
37 FMOC脱机柱前衍生，柱后加入稀甲酸
38 QuECHERS 样品植被
39 柱后加入含IPA的TEF
40 将DAD与MSN-SIM结果进行比较
41 Tubulent 流微量富集
42 详尽的样品制备，DAD和MSD，及负离子与正离子ESI与APCI的对比
43 综合而详细的样品制备 .
44 Pickering 柱后衍生系统与Agilent LC/FLD
45 Pickering系统，柱后碱水解，然后进行OPA衍生
46 Pickering 柱后衍生系统与Agilent LC/FLD
47 Titriplex-V 热提取
48 RRHT 产品介绍
49 2004年版的食品分析解决方案
50 Zorbax SB LC柱
51 Zorbax 应用指南，不同领域
52 应用书籍，不同领域
53 Zorbax高分离柱，各种应用

www.agilent.com/chem/cn

中国印刷
2007年5月30日
5989-5674CHCN

